

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

RAYANE CRISLEY LEÃO

**CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE RESÍDUO PROVENIENTE DO
PROCESSAMENTO DE MINÉRIO DE FERRO PELO MÉTODO RIETVELD**

BELO HORIZONTE

2022

RAYANE CRISLEY LEÃO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva

BELO HORIZONTE
2022

RAYANE CRISLEY LEÃO

**CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE RESÍDUO PROVENIENTE DO
PROCESSAMENTO DE MINÉRIO DE FERRO PELO MÉTODO RIETVELD**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Aprovado em: 09/02/2022

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva

Prof^ª. Dr^ª. Aline Silva Magalhães

M.sc. Cecília Balduino da Silva

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me oferecer oportunidades incríveis e sempre me orientar para o caminho do bem.

A minha mãe que abriu mão de diversas oportunidades e sempre colocou os meus estudos em prioridade.

Ao meu irmão que chegou em minha vida para abrilhantar ela ainda mais com seu jeito levado e fofo.

A uma pessoa muito especial, Ana, que me apoia independente das circunstâncias. Ela tornou minha graduação e os meus dias mais leves e mais alegres.

Aos meus amigos que me aguentaram reclamando dia e noite durante esse trajeto árduo. Em especial a Tayná Lucena que esteve ao meu lado, me auxiliando durante a graduação.

Ao CEFET-MG que me proporcionou desenvolver meu lado pessoal e profissional.

Ao professor Paulo Renato que me orientou e sempre esteve disposto a me ensinar não só assuntos do TCC, como também assuntos do laboratório de caracterização.

E a todos que fizeram a diferença indiretamente ou diretamente na minha formação acadêmica e pessoal.

RESUMO

O presente trabalho visa caracterizar por meio da técnica de análise granulométrica, microscopia eletrônica de varredura, fluorescência de raios X e difração de raios X e posteriormente quantificar pelo método Rietveld o resíduo proveniente do processamento de minério de ferro, advindo da barragem de fundão, localizada em Bento Rodrigues, distrito de Mariana – Minas Gerais. Além disso, caracterizou-se as amostras de areia, argila, silte e amostra geral para posteriormente avaliar, por meio de comparação com outros estudos a reutilização do resíduo de minério de ferro como matéria-prima para a produção de materiais cerâmicos. Para isso, realizou-se análise granulométrica por difração a laser, para identificar a faixa de granulometria dos materiais e certificar-se que as amostras de argila e silte, possuíam granulometria correta para essa denominação de acordo com a norma NBR 6502. Realizou-se análise morfológica por meio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) que indicou a presença de partículas irregulares associadas aos argilominerais. A caracterização química indicou a presença majoritária de Fe_2O_3 (o teor variando de 8,7% a 59,8%) e SiO_2 (com o teor máximo de 86,6%). Em relação a mineralogia presente nas amostras argila, silte e amostra geral há predominância das fases quartzo, hematita, goethita, muscovita, caulinita e magnetita. Já na amostra de areia, as fases presentes são quartzo e hematita. Avaliou-se os difratogramas refinados das amostras e foi possível observar um refinamento adequado, visto que os parâmetros tiveram um resultado de acordo com estabelecido. De maneira geral, as técnicas utilizadas são relevantes para identificar as propriedades e características peculiares das amostras em questão, para uma possível reutilização do resíduo de minério de ferro como matéria-prima para diversos materiais como bloco de concreto, telhas, tijolos e dentre outros.

Palavras-chave: Caracterização. Rietveld. Resíduo. Minério de ferro.

ABSTRACT

The present work aims to characterize through the technique of granulometric analysis, scanning electron microscopy, X-ray fluorescence and X-ray diffraction and later to quantify by the Rietveld method the residue from the iron ore processing, coming from the Fundão dam, located in Bento Rodrigues, district of Mariana – Minas Gerais. In addition, sand, clay, silt and general samples were characterized to later evaluate, by means of comparison with other studies, the reuse of iron ore residue as raw material for the production of ceramic materials. For this, a granulometric analysis by laser diffraction was carried out to identify the granulometry range of the materials and to make sure that the clay and silt samples had the correct granulometry for this denomination according to the NBR 6502 standard. Morphological analysis was made through scanning electron microscope (SEM) which indicated the presence of irregular particles associated with clay minerals. The chemical characterization indicated the majority presence of Fe_2O_3 (content ranging from 8.7% to 59.8%) and SiO_2 (with a maximum content of 86.6%). Regarding the mineralogy present in the clay, silt and general samples, there are a predominance of quartz, hematite, goethite, muscovite, kaolinite and magnetite phases. In the sand sample, the phases present are quartz and hematite. The refined diffractograms of the samples were evaluated and it was possible to observe a proper refinement, since the parameters had a result within the established. In general, the techniques used are relevant to identify the peculiar properties and characteristics of the samples in question, for a possible reuse of iron ore waste as raw material for various materials such as concrete blocks, tiles, bricks and others.

Keywords: Characterization. Rietveld. Residue. Iron ore.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Distribuição dos elementos na crosta terrestre.....	15
Figura 2 - Comparativo entre 1º semestre de 2019 e o 1º semestre de 2020.....	18
Figura 3 - Empregos no setor extrativo mineral no 2º trimestre de 2020.....	19
Figura 4 - Fluxograma típico do processamento de minério de ferro.....	20
Figura 5 - Principais destinações do resíduo de minério de ferro no estado de Minas Gerais....	22
Figura 6 - Representação típica de uma barragem alteadas para montantes.....	23
Figura 7 - Representação típica de uma barragem alteadas para jusante.....	23
Figura 8 - Representação típica de uma barragem alteadas pela linha de centro.....	24
Figura 9 - Quantidade média de resíduos gerados nos beneficiamentos.....	25
Figura 10 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra de resíduo da barragem de fundão	26
Figura 11 - Microscopia eletrônica de varredura do resíduo de minério de ferro.....	27
Figura 12 - Comparativo de Bento Rodrigues antes e depois do rompimento da barragem....	28
Figura 13 - Representação esquemática da comparação entre o microscópio óptico e o microscópio eletrônico de varredura.....	32
Figura 14 - Representação esquemática de diversos planos com suas respectivas distâncias interplanares, passíveis de detecção na difração de raios X.....	34
Figura 15 - Representação esquemática da difração de raios X.....	35
Figura 16 - Representação do efeito fotoelétrico.....	36
Figura 17 - Arranjo da fluorescência de raios X.....	36
Figura 18 - Análise do tamanho de partícula pela difração do laser.....	37
Figura 19 - Fluxograma da metodologia aplicada.....	39
Figura 20 - Curvas de distribuição granulométrica para as frações de argila, silte, areia e amostra geral.....	42
Figura 21 - Imagens da morfologia do silte.....	44
Figura 22 - Imagens da morfologia da areia.....	44
Figura 23 - Imagens da morfologia da argila.....	45
Figura 24 - Imagens da morfologia da amostra geral.....	45
Figura 25 - Difratoograma refinado do silte.....	47
Figura 26 - Difratoograma refinado da areia.....	47
Figura 27 - Difratoograma refinado da argila.....	48
Figura 28 - Difratoograma refinado da amostra geral.....	48

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades e classe de alguns minerais de ferro.....	16
Tabela 2 - Fórmula química, composição, morfologia e propriedades dos minerais.....	17
Tabela 3 - Composição química dos principais minerais encontrados em resíduos de mineração de ferro.....	21
Tabela 4 - Distribuição de tamanho das partículas das amostras.....	42
Tabela 5 - Resultados de composição química semiquantitativa.....	46
Tabela 6 - Quantidade de fases presentes nas amostras obtidas pelo refinamento de Rietveld	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Å	Angstrom
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
CEFET-MG	Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais
D ₁₀	Diâmetro a 10%
D ₅₀	Diâmetro a 50%
D ₉₀	Diâmetro a 90%
DRX	Difração de Raios-X
DDP	Diferença de Potencial
cm	Centímetro
EDS	Espectroscopia de raios X por energia dispersiva
ES	Elétrons Secundários
FEAM	Fundação Estadual do Meio Ambiente
FRX	Fluorescência de Raio-X
g	Grama
IBAMA	Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais
IBRAM	Instituto Brasileiro de Mineração
ICDD	International Center for Diffraction Data
Km	Quilômetro
Kv	Quilovolt
m ³	Metro cúbico
mA	Miliampére
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MG	Minas Gerais
mm	Milímetros
MRAF	Microrrevestimento asfáltico
NBR	Norma Técnica Brasileira
PIB	Produto Interno Bruto
u	Unidade de massa atômica
µm	Micrômetros
θ	Teta
λ	Lambda
ρ	Rô

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
2 OBJETIVOS	14
2.1 Objetivo Geral	14
2.2 Objetivos Específicos	14
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1 Minério de Ferro	15
3.2 Mineração no Brasil.....	17
3.2.1 Regiões de exploração.....	19
3.3 Principais Processamentos do Minério.....	19
3.4 Resíduo de Mineração.....	21
3.5 Reutilização dos Resíduos de Mineração.....	24
3.6 Aspectos Ambientais	27
3.7 Quantificação de Fases pelo Método de Rietveld	29
3.8 Técnicas de Caracterização.....	31
3.8.1 Microscopia eletrônica de varredura	32
3.8.2 Difração de raios X.....	33
3.8.3 Fluorescência de raios X	35
3.8.4 Análise granulométrica por difração a laser.....	37
3.9 Método de Separação das Frações de Silte e Argila pelo Método da Sedimentação – Lei De Stokes.....	37
4 METODOLOGIA.....	39
4.1 Caracterização das Amostras.....	40
4.1.1 Análise granulométrica por difração a laser.....	40
4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	40
4.1.3 Fluorescência de raios X (FRX)	40
4.1.4 Difração de raios X (DRX).....	40
4.2 Quantificação de Fases Cristalinas por Meio do Método Rietveld	41
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	42
5.1 Análise Granulométrica por Difração a Laser	42
5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	43
5.3 Fluorescência de Raios X (FRX)	45
5.4 Quantificação de Fases pelo Método de Rietveld	46
5.5 Avaliação da Reutilização do Resíduo de Minério de Ferro como Matéria-Prima para Produção de Materiais Cerâmicos.....	50

6 CONCLUSÕES	53
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	55
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56

1 INTRODUÇÃO

Sabe-se que a indústria da mineração serve como base para outros diversos setores e, conseqüentemente, acarreta em faturamentos na economia. Segundo o IBRAM (2021), em 2020, o faturamento desse setor extrativista (minério de ferro) foi de R\$ 138,7 bilhões com uma variação de 39% a mais quando comparado ao ano de 2019.

E como resultado dessa produção/extração, a grande quantidade de resíduos proveniente do beneficiamento são inevitáveis e possui um volume demasiado. Estes são depositados geralmente em locais com formato de bacia, conhecido como barragem. Segundo França (2009), a cada 30 anos as barragens de resíduo e cavas de mineração, que são utilizadas como depósitos, aumentam dez vezes em volume e dobram em altura ou profundidade. Pelo fato de ter um baixo custo, a construção de barragens de resíduos é o procedimento que as mineradoras mais fazem uso, as características e o tipo de barragem dependem do tipo de rejeito que é depositado. Resíduos que possuem semelhança de granulométrica com a fração de argila, ou seja, na forma de lama, geralmente são dispostos em barragens convencionais (estas possuem similaridade com barragens de água, se diferenciando em relação ao solo, pois as de rejeitos são construídas em solos argilosos), podendo acarretar em agressão ao ecossistema local (MENEZES *et al.*, 2002). Então se faz necessário ter o conhecimento sobre os componentes daquele rejeito e qual a maneira adequada para um possível pós-tratamento.

Como dito, há um aumento de resíduos ao longo dos anos e possivelmente uma maior probabilidade de desastres, caso essas barragens não sejam mantidas dentro do padrão de segurança. Como o acontecimento na barragem de resíduos de minério de ferro de Fundão, em Mariana, Minas Gerais, em que a Samarco opera. O impacto ambiental mínimo da tragédia foi que 500 mil pessoas tiveram o abastecimento de água comprometidos, 263,1 Km² de espelho d'água foi afetada pela lama, 1,464 hectares foram completamente devastados antes mesmo que a lama chegasse ao Rio Doce (BBC NEWS 2015).

Segundo Chaves (2009), os projetos da ação mineradora devem conter medidas com o intuito de minimizar, controlar e assegurar possíveis danos, como: poluição da atmosfera, dos solos, dos cursos d'água, preservação do ecossistema, recuperação das áreas que foram degradadas e a otimização dos processos produtivos, visando extrair menores quantidades da natureza.

Logo, é fundamental o desenvolvimento de pesquisas e tecnologias que possibilitem conhecer as propriedades do resíduo, para assim potencializar suas qualidades de acordo com a aplicação ou adquirir uma finalidade promissora para o resíduo e reduzir o volume de material despejados em barragens.

Dentro desse contexto, o presente trabalho propõe o estudo dos procedimentos utilizados na quantificação de fases e caracterização do resíduo de minério de ferro proveniente da barragem de Fundão, em Mariana (Minas Gerais), com o intuito de determinar com mais precisão as fases cristalinas e apresentar a relevância da metodologia aplicada. Além disso, apresentar como a composição e morfologia irá interferir na reutilização do resíduo de mineração como matéria prima para materiais cerâmicos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O presente trabalho tem como objetivo geral quantificar as fases minerais presentes em uma amostra de resíduo de minério de ferro (amostra geral) e nas frações areia, argila e silte que compõe o resíduo, utilizando o método de refinamento de estrutura denominado de método Rietveld.

2.2 Objetivos Específicos

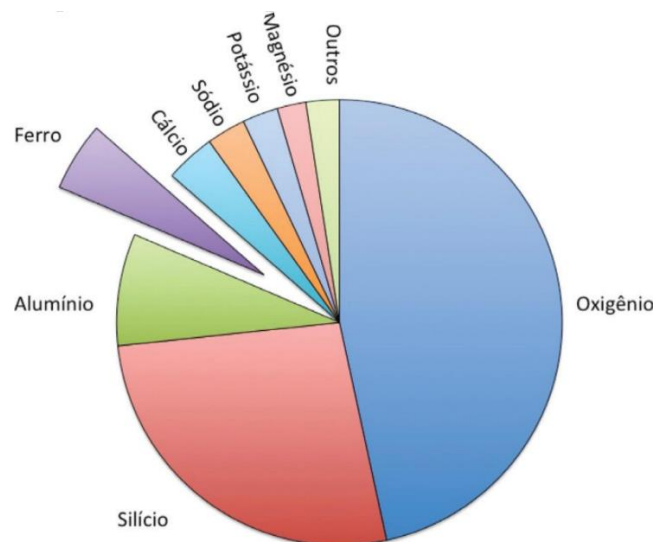
- Realizar a análise granulométrica por difração a laser das frações areia, silte, argila e da amostra geral, para avaliar o método de separação e as propriedades de cada fração.
- Realizar análise morfológica utilizando a microscopia eletrônica de varredura das frações areia, argila, silte e amostra geral.
- Realizar análise química com auxílio da fluorescência de raios X, das frações silte, argila, areia e também da amostra geral.
- Realizar as análises de difração de raios X e identificar as fases presentes nas frações em estudo e da amostra geral.
- Realizar a quantificação de fases minerais presentes nas frações areia, silte, argila e amostra geral.
- Apresentar a relevância da metodologia aplicada para a avaliação de uma possível reutilização do resíduo de minério de ferro, como matéria prima para produção de materiais cerâmicos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Minério de Ferro

O Ferro (Fe) é um metal de transição com massa de 56u e número atômico igual a 26. Encontra-se sólido em temperatura ambiente e é amplamente utilizado como matéria prima para inúmeros setores da indústria, como construção civil, transporte, tecnologia, dentre outros (GOMES, 2017). É o quarto elemento mais abundante na crosta terrestre, sua contribuição está em torno de 4,5%, superado apenas pelos elementos oxigênio, silício e alumínio, como pode ser visto na figura 1 (CARVALHO *et al.*, 2021). Já dentre os metais, o ferro é o segundo colocado em termos de abundância, ficando atrás somente do alumínio (GOMES, 2017).

Figura 1- Distribuição dos elementos na crosta terrestre



Fonte: DUARTE, 2020.

O termo minério de ferro deve ser utilizado quando se tratar de um material natural, que pode ser economicamente empregado em razão do conteúdo Fe, que possui diferentes teores de ferro e contaminantes em sua composição (como alumínio, fósforo, silício, magnésio e carbonato de cálcio) e que tem capacidade de ser processado (PORTES, 2013).

A tabela 1 mostra propriedades de alguns minerais que possuem o elemento químico ferro em sua composição e a sua classe pertencente.

Tabela 1 - Propriedades e classe de alguns minerais de ferro

Classe	Mineral	Peso específico (g/cm ³)	Teor de Fe (%)
Óxidos	Magnetita	5,18	72,4
	Hematita	5,26	69,9
	Goethita	4,26	62,9
Carbonato	Siderita	3,87	48,2
Silicatos	Fe-antofilita	3,49	39,0
Sulfetos	Pirrotita	3,95	63,6
	Pirita	5,01	46,5

Fonte: Adaptado de Ávila, 2018.

Segundo Gomes (2017), os principais minerais presentes no minério de ferro são: magnetita (Fe_3O_4), hematita (Fe_2O_3) e goethita ($FeO(OH)$). Existem outros minerais de ferro que podem ser encontrados na natureza, porém não possuem tanto interesse comercialmente para a extração do ferro (DUARTE, 2020).

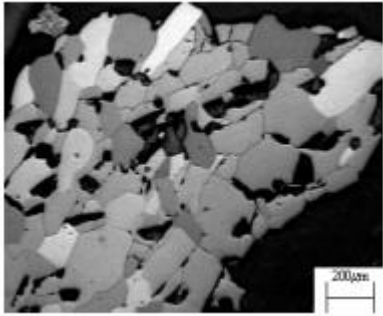
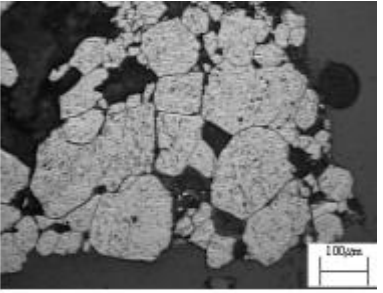

- Magnetita: é uma espinela e um componente fundamental para diversas formações ferríferas. Ela é composta por 72,4% de ferro, 27,6% de oxigênio, no entanto, pode conter ao longo da sua estrutura em quantidades menores elementos como Mg, Mn, Zn, Al, Ti, dentre outros, devido ao fato da flexibilidade da espinela (DUARTE, 2020).

- Hematita: é um óxido de ferro (αFe_2O_3) com 69,94% de ferro e 30,06 de oxigênio (CABRAL, 2010). A Hematita é o mineral mais importante na fonte de ferro, além disso é o segundo que mais contém ferro. Esse nome foi dado pelo fato de que quando é transformado em pó, sua tonalidade adquirida é o vermelho ocre. O significado do nome hematita, em grego, é: hemos = sangue, reafirmando a coloração avermelhada (CORNELL; SCHWERTMANN, 1996).

- Goethita: é um mineral que se forma sob condições de oxidação e é resultado do intemperismo daquelas substâncias que são portadores de ferro. Sua composição é 62,9% de ferro e 27,0% de oxigênio e 10,1% de água, algumas vezes o manganês também tem participação e sua porcentagem, geralmente, está acima de 5,0%. Além, disso, a goethita pode obter tonalidade amarelo ocre (CABRAL, 2010).

A tabela 2 demonstra os detalhes dos minerais apresentados anteriormente, na tabela 1, referente às classes dos óxidos.

Tabela 2 - Fórmula química, composição, morfologia e propriedades dos minerais

Mineral	Fórmula/ Composição	Morfologia	Características
Hematita	Fe ₂ O ₃ %FeT: 67,75 a 69,61		Textura: varia de porosa a compacta. Formato: irregulares inequidimensionais, regulares equidimensionais, inequidimensionais com hábito tabular e granular.
Magnetita	Fe ₂ O ₄ %FeT: 71,68 a 72,19		Cristais euédricos, isolados ou em agregados. Cristais compactos. Apresenta alta susceptibilidade magnética.
Goethita	α-FeO.OH %FeT: 58,02 a 62,70		Hematita com hábito de magnetita. Oxidação segundo os planos cristalográficos da magnetita. Geralmente porosa.

Fonte: Adaptado de Queiroz, 2003.

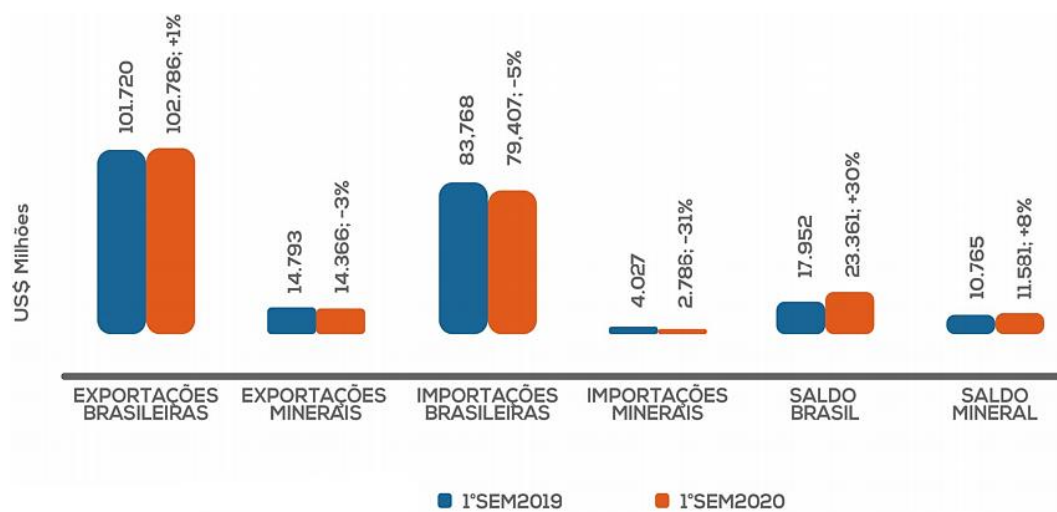
3.2 Mineração no Brasil

Segundo o Governo do Brasil (2021), o faturamento do setor mineral atingiu, em 2020, R\$209 bilhões de reais. Esse comportamento teve um impacto positivo no setor da mineração no país, pois a arrecadação de tributos em 2019 foi na ordem de R\$ 72,3 bilhões. O crescimento se deve ao fato de um maior volume comercializado somado à elevação do preço do minério de ferro, que é o principal produto da mineração brasileira.

Além disso, a participação no PIB (produto interno bruto) é de aproximadamente 4%, e está incluso na contribuição dos segmentos de extração mineral e transformação mineral (metálicos e não metálicos), contando além da colaboração do petróleo e gás (IBRAM, 2020).

Já quando se trata de exportações de minério, é perceptível (figura 2) que houve uma ligeira queda de 3% no primeiro semestre de 2020 quando comparado com o mesmo período no ano de 2019. O saldo comercial do setor mineral teve um crescimento em torno de 8% no primeiro semestre do ano de 2020 (na comparação com o período igual no ano de 2019), no entanto o saldo comercial total do Brasil foi consideravelmente elevado em 30% (IBRAM, 2020).

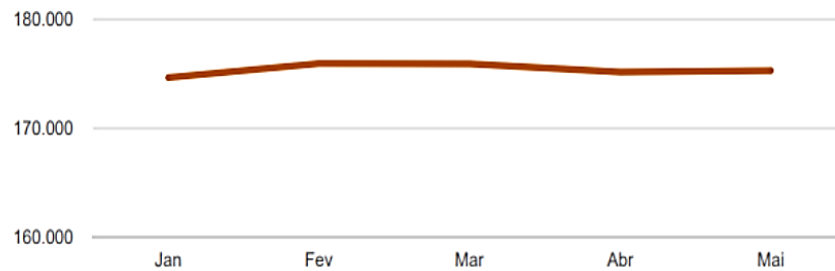
Figura 2- Comparativo entre 1º semestre de 2019 e o 1º semestre de 2020
(milhões US\$)



Fonte: Adaptado BRASIL, 2021.

A mineração é um dos setores básicos da economia do país, que possui uma capacidade intensa de afetar o bem estar e a melhoria de vida das presentes e futuras gerações (FARIAS, 2002). As estimativas do setor extrativista é que a cada emprego direto na mineração, ocasiona diretamente em 3,5 postos de trabalhos na área que atua na transformação do mineral. E a figura 3 mostra que o número de empregos diretos (indústria extrativa) no setor até maio de 2020 era de aproximadamente 176 mil e levando em consideração o que foi dito anteriormente, a quantidade de empregos ligados a transformação mineral foi de aproximadamente 616 mil postos de trabalho (IBRAM, 2020).

Figura 3- Empregos no setor extrativo mineral no 2º trimestre de 2020



Fonte: IBRAM, 2020.

3.2.1 Regiões de exploração

As principais regiões onde se produz o minério de ferro são: o Quadrilátero Ferrífero, a Província Mineral de Carajás e a região de Corumbá (possui depósitos de rochas que contém o itabirito). No Quadrilátero Ferrífero pode ser explorado dois “tipos” de minério de ferro, o hematítico (alto teor) e o itabirítico, além desses, tem-se aqueles com menor interesse comercial e valor comercial: a canga (minério secundário, que possui baixo teor de ferro e alto teor de fósforo) e o minério de rolamento (minério fragmentado e composto por cascalhos e itabirito enriquecido em ferro pela perda parcial de silício e hidratado) (BRASIL, 2021).

Na Província Mineral de Carajás as formações ferríferas são constituídas de diferentes tipos de minério de ferro, e os principais são: hematita e itabirito (BRASIL, 2021).

3.3 Principais Processamentos do Minério

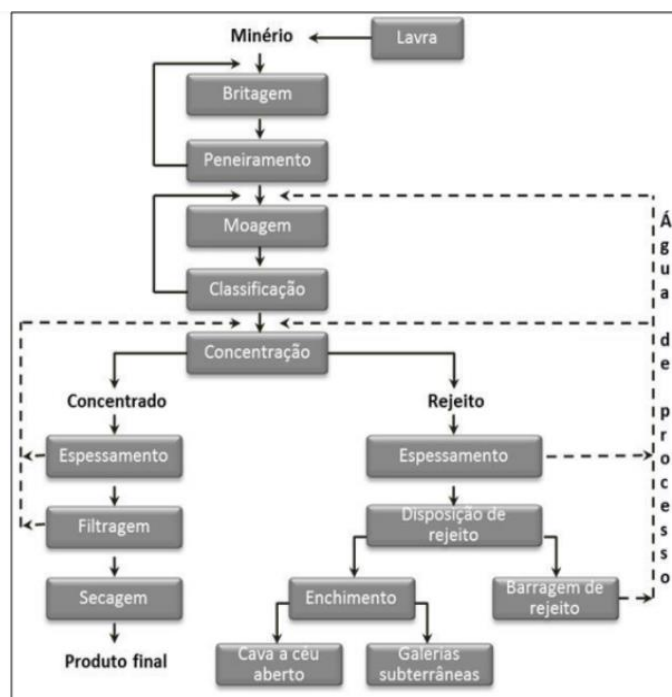
Inicialmente é válido estabelecer alguns conceitos para que não gere futuros equívocos. Desse modo, entende-se que mineral é todo corpo inorgânico apresentando composição química e propriedades físicas definidas, que pode ser encontrado ao longo da crosta terrestre. Minério é uma rocha com soma de agregados de minerais que possuem a ocorrência de um ou mais minerais de importância econômica. Já aqueles minerais que não possuem importância econômica são atribuídos ao nome de ganga (LUZ; LINS, 2018).

Tratamento ou beneficiamento de minérios fundamenta-se na separação física ou físico-química dos minerais valiosos dos não valiosos (ganga) para obtenção de uma porção enriquecida, denominada de concentrado. Essa parcela possui a maior parte dos minerais que tem um alto valor agregado quando comparado com a outra porção (LUZ; LINS, 2018). Ainda assim, segundo Luz e Lins (2018), o tratamento de minério pode ser promovido por meio de alterações químicas geradas pela participação do calor, na forma de sinterização, pelletização e ustulação ou por meio de intensificação mecanoquímica, em que os minerais sofrerão mudanças em suas estruturas e poderão formar outros novos compostos mineralógicos.

A figura 4 mostra que o minério em seu estado bruto passa por várias operações até atingir o seu estado desejado. As etapas são as seguintes:

- Britagem e moagem: redução de granulometria do minério;
- Classificação: peneiramento: separação granulométrica de resíduo e minério;
- Concentração: flotação, separação magnética, separação gravítica e lixiviação;
- Desaguamento: retirada de água do minério;
- Secagem do concentrado em secador rotativo, spray dryer e secador de leito fluidizado;
- Disposição dos resíduos;

Figura 4 - Fluxograma típico do processamento de minério de ferro



Fonte: LUZ; LINS, 2018.

Os resíduos podem ser dispostos em barragens, cavas de mina ou galerias subterrâneas e para isto é necessário que ocorra uma caracterização prévia mineralógica e química, com o intuito de avaliar os potenciais contaminantes ao meio ambiente (LUZ; LINS, 2018).

3.4 Resíduo de Mineração

Sabe-se que o resíduo é uma consequência da atividade da mineração e a operação mineral é capaz de produzir dois tipos principais de resíduos (subprodutos sem valor comercial): o primeiro são materiais estéreis, que em sua composição há fragmentos grosseiros de rocha, resíduo da lavra (exploração da jazida mineral). Eles são materiais dispostos em pilhas, conhecidas como pilhas de estéril, costumam ter estabilidade. O segundo resíduo, é produto do beneficiamento, que tem uma configuração mais fina e é disposto em barragens, já nesse tipo, há relatos de problemas bastantes significativos quanto a elas (PIACENTINI, 2019).

O resíduo de minério de ferro é constituído principalmente pelos elementos químicos: óxido de silício (SiO_2), óxido de ferro (Fe), óxido de manganês (Mn), óxido de enxofre (S), óxidos de fosfatos (PO_4)³⁻ (YANG *et al.*, 2014). No entanto, não é uma regra, pois a composição do resíduo pode variar de acordo com os materiais utilizados ao longo do beneficiamento ou a eficiência deste processo e o local de onde é feito a extração (ARAÚJO, 2006). Como forma de demonstração, a tabela 3 apresenta segundo diferentes autores a composição química do resíduo de minério de ferro proveniente do Quadrilátero Ferrífero.

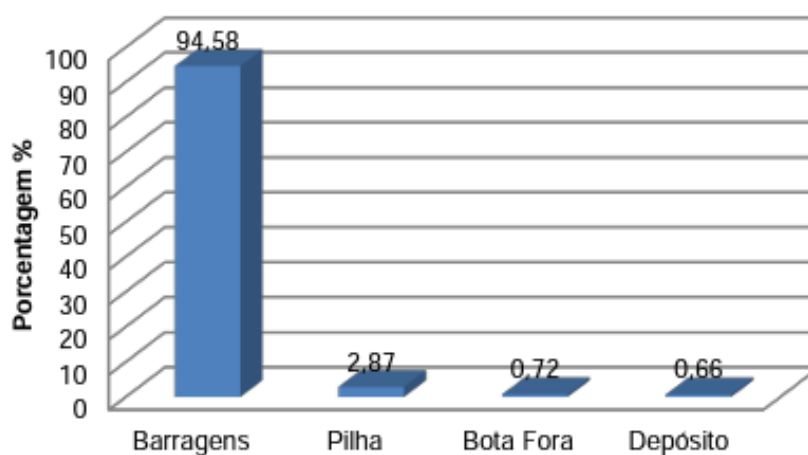
Tabela 3 - Composição química dos principais minerais encontrados em resíduos de mineração de ferro

Massa (%)						
Compostos (%)	Oliveira (2006)	Gomes (2009)	Guimarães (2011)	Guimarães <i>et al.</i> (2011)	Andrade (2014)	Peixoto <i>et al.</i> (2016)
SiO ₂	27,61	62,70	6,36	24,06	44,47	7,12
Al ₂ O ₃	7,09	0,61	7,23	6,41	5,49	-
CaO	-	-	-	5,79	-	-
Fe ₂ O ₃	42,03	24,97	52,46	43,83	49,49	92,32
Mn	-	-	0,216	1,552	-	-
Outros	0,069	0,016	0,224	0,075	0,55	0,56

Fonte: Adaptado de Bezerra 2017.

Depois de gerado, o resíduo oriundo do processamento do minério pode ser disposto de diversas maneiras, como em minas subterrâneas, em cavas, em pilhas ou em barragens (ANDRADE, 2014). De acordo com FEAM (2018), as barragens configuram o meio de disposição dos resíduos mais utilizada no estado de Minas Gerais, com um percentual de utilização de 94,58%, figura 5.

Figura 5 - Principais destinações do resíduo de minério de ferro no estado de Minas Gerais

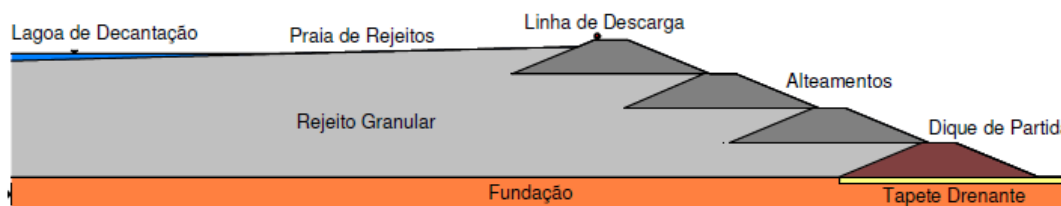


Fonte: Adaptado FEAM 2018.

Segundo a Vale, barragens são estruturas projetadas por engenheiros que são utilizadas para conter substâncias líquidas ou da combinação de líquido e substâncias sólidas oriundas do beneficiamento de minérios (VALE, 2021). As barragens podem ser:

- Barragens alteadas para montantes: é o método mais antigo e simples, caracterizado como um progresso dos procedimentos experimentais de disposição de resíduos. A etapa inicial de construção se dá, geralmente, na execução de um dique de partida de terra compactada ou enrocamento. Então, o resíduo é lançado a montante da margem da crista por canhões ou hidrociclones, resultando em uma praia de deposição e que servirá como “base” dos alteamentos subsequentes. Este procedimento é repetido várias vezes até que a cota final da barragem seja alcançada (ALBUQUERQUE FILHO, 2004). Figura 6 mostra a barragem alteadas para montantes.

Figura 6- Representação típica de uma barragem alteadas para montantes

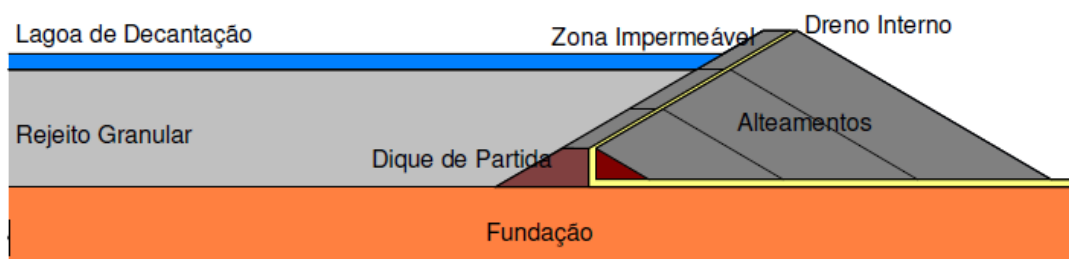


Fonte: ALBUQUERQUE FILHO, 2004.

O principal agravante em relação a esse método, consiste que os materiais são depositados em um período de tempo curto e conseqüentemente encontram-se pouco consolidados. Ou seja, podem apresentar baixa resistência ao cisalhamento e susceptibilidade à liquefação mediante a carregamentos dinâmicos ou estáticos (ALBUQUERQUE FILHO, 2004).

- Barragens alteadas para jusante: método que consiste na construção de um dique de partida (solo ou enrocamento compactado). Logo após, os alteamentos subsequentes são utilizados como jusante do dique de partida e conseqüentemente possibilitou fatores de segurança mais adequados. Este procedimento é repetido várias vezes até que a cota final da barragem seja alcançada (ALBUQUERQUE FILHO, 2004). Figura 7 mostra a barragem alteadas para jusantes.

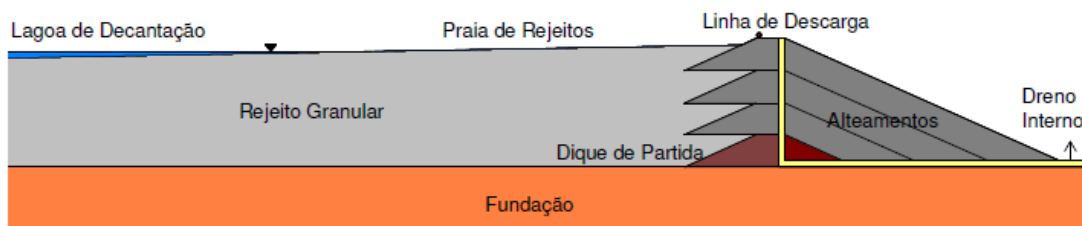
Figura 7 - Representação típica de uma barragem alteadas para jusante



Fonte: ALBUQUERQUE FILHO, 2004.

- Barragens alteadas pela linha de centro: é uma variação do método jusante, pois o alteamento da crista é disposto de maneira vertical. O primeiro alteamento é lançado ao aterro sobre o limite montante e o talude de jusante do maciço do dique de partida, com os próximos alteamentos devem seguir o mesmo eixo até que a barragem atinja sua cota final estabelecida no projeto (ALBUQUERQUE FILHO, 2004). Figura 8 mostra a barragem alteadas pela linha de centro.

Figura 8 - Representação típica de uma barragem alteadas pela linha de centro



Fonte: ALBUQUERQUE FILHO, 2004.

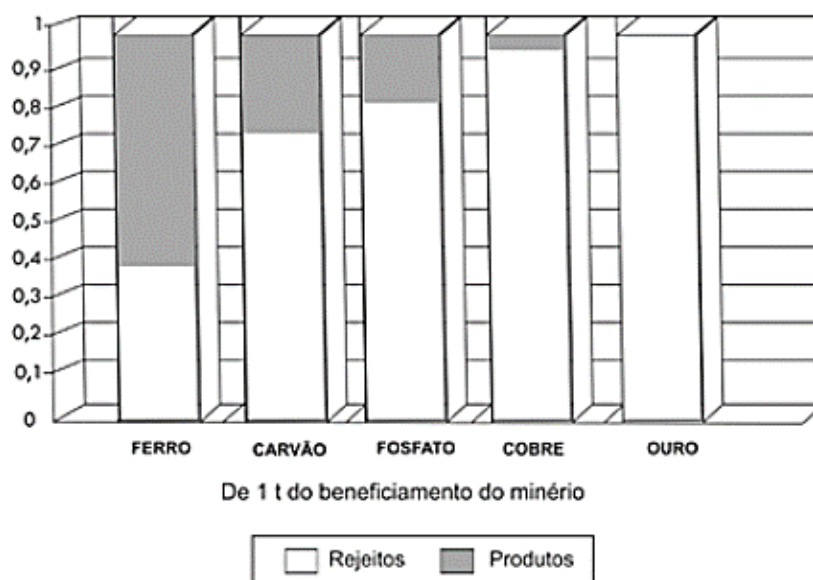
3.5 Reutilização dos Resíduos de Mineração

O aproveitamento dos resíduos industriais para uso como materiais alternativos não é algo inédito e tem um resultado positivo em vários países de Primeiro Mundo, sendo que são motivados por três razões: o esgotamento das reservas de matérias-primas confiáveis, crescente volume de resíduos sólidos (pode colocar em risco a saúde pública, pois ocupam espaço e deterioram os recursos naturais) e a necessidade de compensar o desequilíbrio econômico provocado pelas altas do petróleo (MENEZES, *et al.*, 2002). Então, a crescente demanda mundial por bens minerais, atrelada ao desenvolvimento econômico e tecnológico, proporciona o reaproveitamento de minérios de baixo teor ou mesmo aqueles que possuem um nível de dificuldade em seu processamento (SOARES; SAMPAIO; FRANÇA, 2010).

Sabe-se que a extração de minério de ferro gera elevadas quantidades de resíduo, e sua disposição de maneira errônea pode apresentar riscos ao meio ambiente. A remediação de áreas degradadas ou contaminadas pela disposição de maneira inadequada dos resíduos tem a responsabilidade de zelar pela estabilidade e segurança a longo prazo das estruturas de contenção (CHAVES, 2009).

A figura 9 apresenta a quantidade média de resíduos e produtos gerados nos processos de beneficiamento. Dados de 2010, em que a demanda e o consumo de produtos dependentes da produção de minério de ferro eram consideravelmente inferiores que o consumo atual.

Figura 9- Quantidade média de resíduos gerados nos beneficiamentos



Fonte: SOARES, 2010.

A indústria cerâmica é uma das que mais se destaca na reciclagem de resíduos industriais e urbanos, uma vez que sua cadeia produtiva consegue reaproveitar grandes volumes de resíduos, pois as características intrínsecas das matérias-primas cerâmicas e as particularidades do processamento do material cerâmico são compatíveis com a maioria dos resíduos industriais gerados no processamento mineral, por exemplo. Possibilitando que a indústria cerâmica seja uma boa opção para esse tipo de uso do rejeito (MENEZES, *et al.*, 2002). Entretanto, é necessário realizar uma caracterização do resíduo para definir qual a melhor rota para o reaproveitamento e quais fatores afetam no seu desempenho.

Alguns pesquisadores tem desenvolvido diferentes trabalhos caracterizando e reutilizando o resíduo de mineração. Dentre eles pode-se destacar:

- Apaza *et al.* (2018) utilizou rejeito de minério da barragem de Mariana/MG para microrrevestimento asfáltico (MRAF). Esse tipo de revestimento é utilizado em rodovias, que possui um alto volume de tráfego e que exigem liberação rápida logo após alguma manutenção. O uso desse rejeito em MRAF reduz o passivo ambiental das barragens de rejeito e viabiliza o desempenho mecânico do pavimento, proporcionando redução de custos;

- Souza (2013) utilizou a combinação de polipropileno, polietileno de baixa densidade e alta densidade e resíduo arenoso proveniente da flotação do processamento em Itabirito para obter madeira plástica.

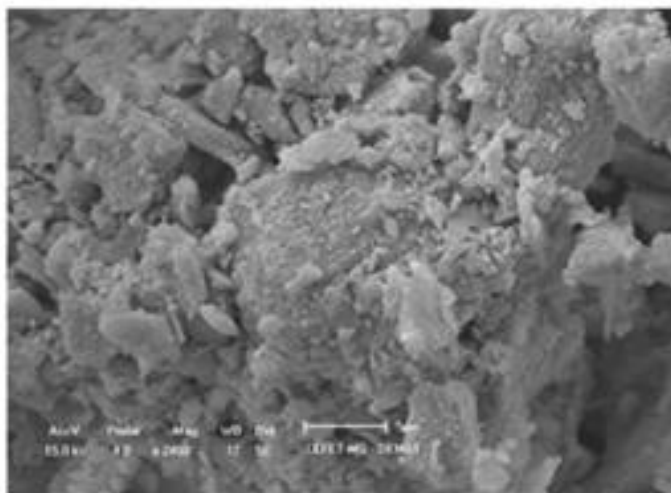
- Bicalho (2019) desenvolveu um compósito baseado em nitrato de carbono grafítico e um rejeito da mineração de ferro (abundante em hematita e goethita). Cujo objetivo é aplicação do compósito como catalisador em reações de degradação de contaminantes emergentes.

- Silva (2020) fez uso do resíduo proveniente do beneficiamento do minério de ferro, oriundo do rompimento da barragem de Fundão (Marina/MG) para utilização como material de revestimento. Ou seja, o trabalho propõe o desenvolvimento de uma rota alternativa de aproveitamento desse rejeito na produção de rocha artificial.

- Chaves (2009) fez análise da incorporação de rejeitos de minério de ferro, proveniente do município de Jucurutu (Rio Grande do Norte), em argilas com a intenção de avaliar as modificações nas propriedades mecânicas e físicas das argilas após essa integração. Avaliou-se também a porcentagem de rejeito de minério de ferro que é necessária para otimizar ou não essas propriedades.

- Gomes (2016) que em seu trabalho analisou a morfologia do rejeito como um todo e obteve o resultado de que o material é constituído por partículas de morfologia irregular e que possivelmente estão associadas aos argilominerais e aos minerais de ferro. Além disso, as fases encontradas no rejeito foram: quartzo, caulinita, muscovita, hematita e goethita. A figura 10 mostra a imagem de MEV referente ao trabalho de Gomes, em que o principal objetivo do trabalho era estudar a reutilização dos resíduos de minério de ferro para a produção de adoquim.

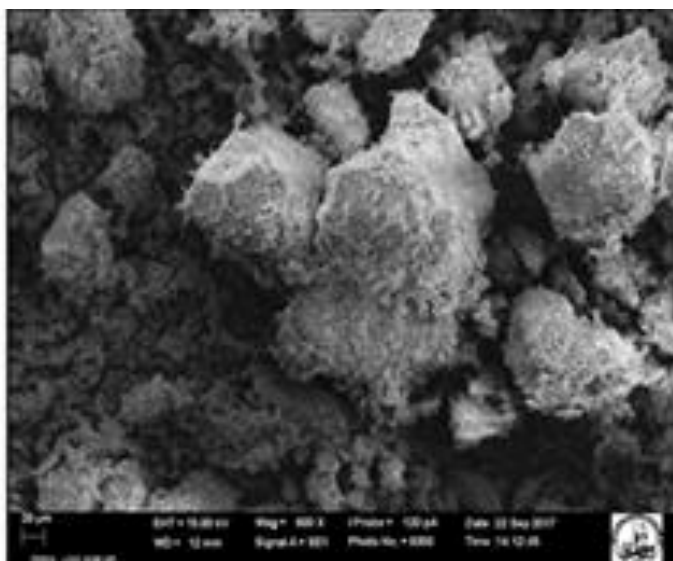
Figura 10 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra de resíduo da barragem de fundão



Fonte: Gomes, 2016.

- Mendes (2019) em seu trabalho, cujo objetivo principal foi avaliar o potencial de aplicação do rejeito de minério de ferro como matéria prima na produção de blocos cerâmicos para vedação, obteve uma morfologia semelhante ao encontrado no trabalho de Gomes (2016). A figura 11 mostra partículas de diferentes formatos, em que as partículas maiores com arestas definidas provavelmente são quartzos. As hematitas estão na superfície dessas partículas com grandes volumes e possuem um aspecto granular. Além disso, nota-se a presença de aglomerados formados por caulinita e goethita. Neste mesmo trabalho analisou-se a composição química presente no rejeito e foram encontrados SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , K_2O , P_2O_5 .

Figura 11 – Microscopia eletrônica de varredura do resíduo de minério de ferro



Fonte: Mendes, 2019.

3.6 Aspectos Ambientais

Um dos principais entraves ambientais relacionados à extração do ferro é o grande volume de resíduo gerado no processo de beneficiamento. Alguns métodos de beneficiamento de minérios exigem etapas como britagem, moagem, deslamagem e flotação, etapas que necessitam de adição de água e produtos químicos, produzindo grande volume de resíduo em forma de lama, que é armazenado em barragens (ANDRADE, 2014).

Hoje em dia, os maiores impactos ambientais estão relacionados à segurança das barragens. Por serem, estruturas de grande porte, estas podem desencadear danos ambientais

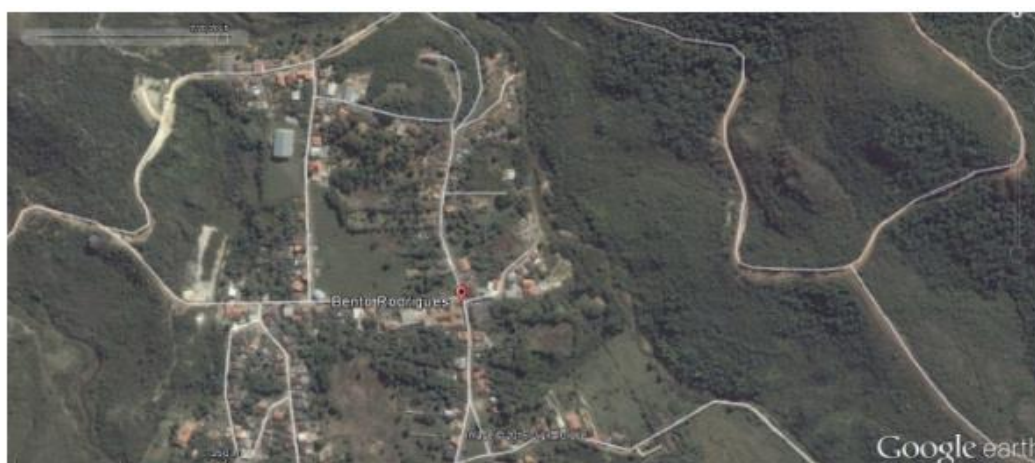
potenciais em decorrência de seu rompimento, vazamento, infiltração no solo ou mau funcionamento (FARIAS, 2019).

Em agosto em 2014, o rompimento da barragem da empresa mineradora Imperial Metals Corp. despejou 5 milhões de metros cúbicos de resíduos no rio Iskut, na província de British Columbia no Canadá. De acordo com o Conselho de Defesa dos Recursos Naturais do Canadá, a lama causou impactos ambientais negativos em toda a América do Norte (BAKER et al., 2021).

No Brasil, em setembro de 2014, o rompimento da barragem de rejeitos da mineração Herculano, localizada no Quadrilátero Ferrífero em Minas Gerais, causou graves impactos ambientais na bacia hidrográfica do Rio das Velhas, que abastece a região metropolitana de Belo Horizonte (CRUZ, 2014).

Em 2015, no dia 05 de novembro, ocorreu o rompimento da barragem de Fundão, que ficava sob domínio da mineradora SAMARCO (complexo minerário de Germano), no município de Mariana/MG. O volume de rejeito, composto em sua maior parte por óxido de ferro e sílica, soterrou o subdistrito de Bento Rodrigues e arrastou um dano de destruição até o estado de Espírito Santo, percorrendo 663,2 km de cursos de água. Ocasionalmente o lançamento de cerca de 45 milhões de metros cúbicos de rejeitos no meio ambiente. E que, segundo um laudo técnico feito, aponta que o nível do impacto foi tão elevado ao longo dos estratos ecológicos que não há possibilidade de estimar quando a fauna e a flora irão retornar ao local (IBAMA, 2020). A figura 12 retrata a diferença do distrito de Bento Rodrigues antes e depois do rompimento da barragem

Figura 12 – Comparativo de Bento Rodrigues antes (a) e depois (b) do rompimento da barragem



(a)



(b)

Fonte: Google Maps Apud ÁVILA *et al.*, 2021.

Esse desastre foi considerado nível IV, o que significa que o desastre foi de grande porte e o seu nível foi máximo. Os desastres que possuem esse nível caracterizam-se pela grande importância e magnitude dos danos provocados e do alto prejuízo econômico e ambiental (BRASIL, 2015).

Em 2019, no dia 25 de janeiro de 2019, a barragem I do complexo minerário de Paraopeba, localizada em Brumadinho/MG se rompeu, despejando uma avalanche de resíduos de minério, que conseqüentemente desencadeou o rompimento de outras duas barragens da mina de Córrego do Feijão. Houve o transporte de aproximadamente 12 milhões de m^3 de rejeitos e provocou a morte de 272 pessoas. Segundo a Vale S.A. (responsável pela barragem), naquele momento a barragem encontrava-se sem atividade e com ideias em desenvolvimento para descaracterização (ESTADO DE MINAS GERAIS, 2020).

3.7 Quantificação de Fases pelo Método de Rietveld

Saber quantitativamente o teor das fases cristalinas que estão presentes no material em análise é importante para monitorar e controlar microestruturas e, conseqüentemente as propriedades vinculadas ao processo (BORBA, 2000). Os métodos de análise quantitativas mais utilizados são: padrão interno, padrão externo, análise racional e método de Rietveld (SANTOS, 2013). Este trabalho deu ênfase no método de Rietveld.

A quantificação de fases pelo método de Rietveld é um método matemático que faz uso da difração de raios X para refinar os dados obtidos da estrutura cristalina e das quantidades de fases presentes (SILVA *et al.*, 2018). Ou seja, a estrutura cristalina é refinada, de maneira com que o difratograma calculado com base na estrutura cristalina, se aproxime o melhor possível do difratograma observado (SANTOS, 2009). As diferenças entre os dois difratogramas são calculados por meio do mínimo quadrados, e esta diferença é reduzida quando o teórico se aproxima do real (YOUNG, 1993).

Esse método foi desenvolvido inicialmente com o intuito de refinar estruturas com uma única fase, porém com o passar do tempo ele foi estendido para sistemas multifásicos (BORBA, 2000). Segundo ZEVIN e KIMMEL (1995, *apud* BORBA, 2000) alguns programas têm sido desenvolvidos para executar a metodologia de refinamento de Rietveld, e a entrada de dados tem a possibilidade de diferentes bases cristalográficas, como Inorganic Crystal Structure Database (ICSD), Powder Diffraction File (PDF), Structure Reports, Cambridge Structure Data Base (CSD) e Metals Crystallographic Data File (CRYSTMET).

Segundo Dinnebier e Billinge (2008) e Gobbo (2009) os principais parâmetros de refinamento são:

- a) Fator de escala: trata da correção de proporcionalidade entre o padrão difratométrico calculado e observado. Quando se refina o fator de escala, afeta diretamente na quantidade de fases.
- b) Linha de base (background): é corrigida a partir dos dados coletados no difratograma e da interpolação entre pontos. Ter o conhecimento dessa linha de base é importante, pois ela indicará a presença ou não de fase amorfa.
- c) Perfil de pico: conjunto de funções analíticas que projetam efeitos relacionados ao perfil. Existem algumas equações passíveis de corrigir esse efeito, como a equação Gaussiana, da Lorentziana. A largura está relacionada com o tamanho do cristal e a posição dos picos está relacionado com as características das células.
- d) Parâmetros de célula: estes parâmetros podem ser corrigidos por meio da Lei de Bragg, em que a distância interplanar (d) está interligada com os índices de Miller e, portanto, aos parâmetros de cela.
- e) Fator de estrutura: os parâmetros que estão relacionado com essa variável são as posições atômicas, os fatores de temperatura isotrópicos ou anisotrópicos e o número de ocupação.

- f) Deslocamento: esse parâmetro busca corrigir os deslocamentos devido aos desvios do ponto focal do difratômetro.
- g) Orientação preferencial: correção de possíveis erros na preparação da amostra.

Alguns trabalhos fizeram uso dessa técnica para refinar e encontrar a composição mais próxima de resíduos de minério de ferro:

- Silva (2018) realizou a caracterização tecnológica de amostras de rejeito de minério de ferro provenientes do Quadrilátero Ferrífero. Em que obteve os seguintes resultados por meio da difração de raios X em conjunto com o refinamento da estrutura cristalina (Rietveld): o rejeito B possui 11,9% de hematita e o restante de quartzo, já o rejeito A possui 25,4% de hematita.

- Paiva (2015) realizou a caracterização química e mineralógica do resíduo de mineração de minério de ferro oriundo da região do Quadrilátero Ferrífero/MG. Em que, por meio da difração de raios X e fluorescência de raios X associado ao refinamento do método Rietveld, pôde-se chegar ao resultado que o produto proveniente de jigagem é composto por 34,1% de hematita, 43,4% de quartzo, 8,4% de caulinita, 7,4% de gibbsita e 6,7% de goethita. Já a amostra advinda da separação magnética é composta por 16,9% de hematita, 71,6% de quartzo e 11,5% de caulinita.

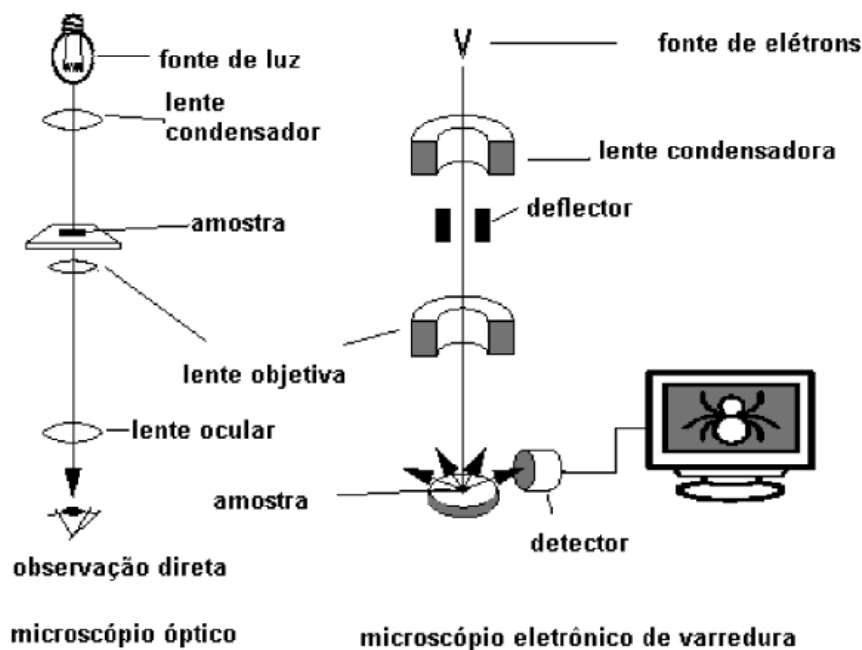
3.8 Técnicas de Caracterização

A caracterização do material tratado neste trabalho é fundamental para o aproveitamento deste recurso natural, de maneira a otimizar suas características, pois fornece subsídios mineralógicos e texturais para o dimensionamento correto da sua rota e de uma possível reutilização (NEUMANN *et al.*, 2010). As técnicas mais utilizadas para a caracterização física, química e microestrutural são: análise granulométrica a laser, microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX) e fluorescência de raios X (FRX). De maneira geral, quando se caracteriza uma amostra mineralógica, ela é realizada em diversas etapas, de forma que uma tem uma forte interdependência com as demais.

3.8.1 Microscopia eletrônica de varredura

O Microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um equipamento que permite uma alta ampliação, em escalas superiores aquelas que olho humano é capaz de perceber (UFOP, 2021). A figura 13 mostra a representação esquemática de uma comparação entre dois microscópios.

Figura 13- Representação esquemática da comparação entre o microscópio óptico e o microscópio eletrônico de varredura



Fonte: DEDAVID *et al.*, 2007.

No MEV convencional, os elétrons são acelerados por uma diferença de potencial e são focalizados por meio de um campo magnético, de maneira que um feixe, em escala nanométrica, tenha interação com a amostra que está sendo analisada (HINRICHES; VASCONCELLOS, 2014). O responsável pela emissão dos elétrons, é o filamento capilar de tungstênio (eletrodo negativo) que sofre a DDP (Diferença de Potencial) que pode variar entre 0,5 a 30 KV. Essa variação de tensão é o que permite o aquecimento do filamento e também possibilita variação da aceleração dos elétrons (UFOP, 2021).

Quando o feixe primário incide na amostra, uma parcela deles se espalham interagindo com a amostra, apesar de que essa porção de elétrons depende principalmente da tensão de aceleração e do número atômico dos elementos que compõe aquele material. Então, para serem

detectados, as partículas obtidas da interação do feixe eletrônico com a amostra em análise, devem retornar à superfície da amostra e finalizar atingindo o detector (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). A imagem é construída conforme o tempo vai sucedendo, pois à medida que o material é varrido, ele vai fazendo uma espécie de leitura morfológica (varredura eletrônica) e apresentando na tela a “exploração” que foi feita sob a superfície. A amostra pode emitir diferentes sinais, dentre eles os mais utilizados para que a imagem seja formada são originários dos elétrons retroespalhados e secundários (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

As imagens obtidas por ES (elétrons secundários) têm uma perspectiva semelhante quando algo é visualizado com a luz, devido a dimensão do campo e impressão tridimensional. Para que ocorra a formação de imagem quando se faz uso de elétrons ES, é necessário que ocorra uma interação inelástica com o feixe incidente, que promoverá o arrancamento de elétrons da banda de condução, que não estão ligados fortemente. Então, denomina-se elétrons secundários pelo fato que não procede do feixe primário. Pelo fato da baixa energia em que são produzidos e devido ao espalhamento inelástico, os elétrons secundários possuem baixa profundidade (KLAUSS, 2003).

Já as imagens por elétrons retroespalhados são obtidas devido a ocorrência de colisões elásticas e inelásticas. Em que, uma porção desses elétrons são espalhados elasticamente e devido sua alta energia conseguem emergir da superfície da amostra e ser coletada por detector de elétrons. Porém, as informações adquiridas na imagem são poucas devido a baixa profundidade de penetração do feixe de elétrons (KLAUSS, 2003).

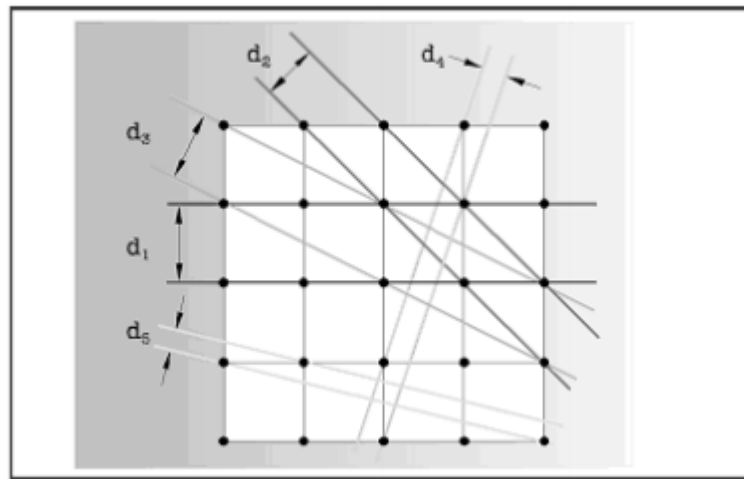
3.8.2 Difração de raios X

Quando deseja-se obter o espectro de emissão característica de um certo elemento é necessário que haja a separação de diversos comprimentos de onda da radiação incidente. No caso dos raios X que possuem comprimentos de onda pequenos e os materiais não conseguem proporcionar a separação por meio da refração, isso se deve ao fato de que o índice de refração para esse regime de comprimento é próximo de 1. Então, utiliza-se a técnica de difração de raios X (QUEIROZ *et al.*).

Dentre as várias técnicas de caracterização de materiais, a técnica de difração de raios X ainda é a mais indicada quando o assunto é a determinação de fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos (ALBERS *et al.*, 2002).

O método se baseia na interação de ondas na frequência de raios X (normalmente entre 0,70 e 2,30 Å) com os planos de repetição sistemática do retículo cristalino, como pode ser visualizado na figura esquematizada na figura 14 (NEUMANN *et al.*, 2010).

Figura 14 - Representação esquemática de diversos planos com suas respectivas distâncias interplanares, passíveis de detecção na difração de raios X



Fonte: NEUMANN *et al.*, 2010.

A incidência de raios X sobre um átomo promove o espalhamento da radiação em todas as direções. Então, ocorre a interferência construtiva dos raios X espalhados, procedentes dos átomos do material, que definem a difração já mencionada anteriormente. Quando se tem um cristal (sequência organizada e periódica) o resultado da visualização é um conjunto de planos, os quais são denominados planos cristalográficos e são ordenados através dos índices de Miller (hkl). O espalhamento daqueles raios X que possuem a mesma energia de radiação incidente através de um conjunto de planos cristalinos, hkl, se dá por meio de uma angulação definida, denominado ângulo de Bragg (SCAPIN, 2013). A Lei de Bragg (1) fornece a base teórica do método.

$$\lambda = 2d \operatorname{sen}\theta \quad (1)$$

Onde:

λ = comprimento de onda da fonte de raios X;

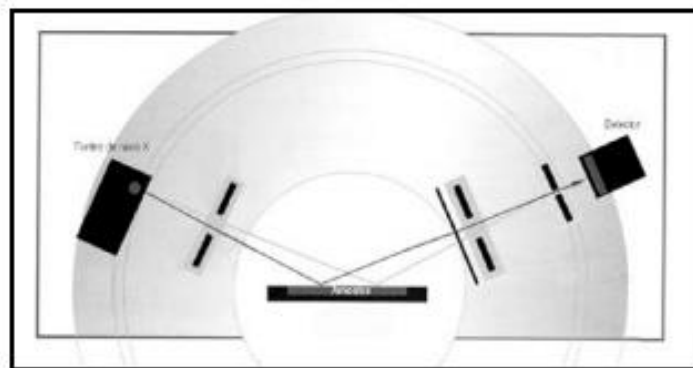
d = distâncias interplanares;

θ = ângulo de reflexão.

Segundo Neumann (2010), cada mineral possui seu conjunto de distâncias interplanares, ou seja, é uma característica intrínseca do material e estão tabuladas em diversas referências. E a referência mais difundida é a do ICDD (*International Center for Diffraction Data*).

A figura 15 representa esquematicamente a configuração do que acontece com uma amostra na metodologia em pó no interior do DRX. Porém, atualmente há variações nesse modelo apresentado, com intuito de reduzir ruídos e consequentemente obter resultados mais próximos do real e sem interferências.

Figura 15 - Representação esquemática da difração de raios X

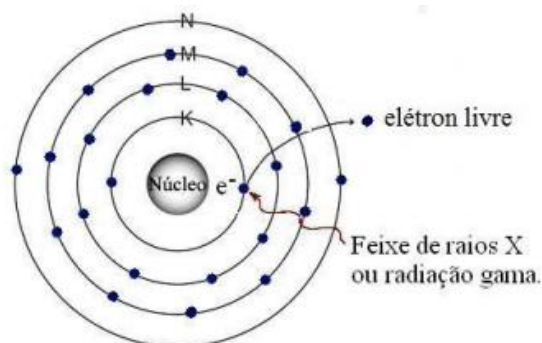


Fonte: NEUMANN *et al.*, 2010.

3.8.3 Fluorescência de raios X

O fundamento dessa técnica de fluorescência de raios X consiste em detectar a intensidade dos raios X característicos emitidos pelos elementos químicos que constituem um dado material, por meio da dispersão de energia. Quando um feixe de raios X ou radiação gama incide na matéria, pode ocasionar uma interação por efeito fotoelétrico, no qual o fóton que foi incidido sobre o material foi absorvido em sua totalidade pelo átomo do material e um elétron é ejetado, resultando em um espaço vazio (ASFORA, 2010), como pode ser visto na figura 16.

Figura 16- Representação do efeito fotoelétrico

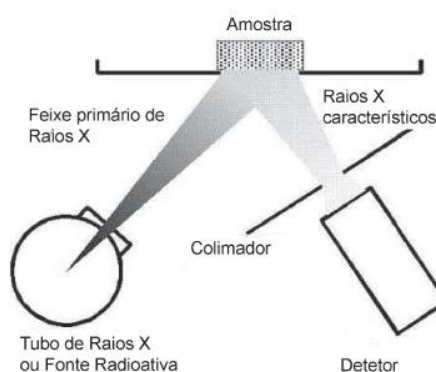


Fonte: Asfora, 2010.

Quando um elemento da amostra é excitado, como mostrado acima, ele tende a transitar elétrons dos níveis mais internos do átomo e isto pode resultar em movimentação (salto quântico) daqueles elétrons mais afastados para preencher esse “buraco” (vacância). Portanto, quando um elétron muda de posição, ou seja, transita entre as camadas, ocorre a formação de linhas de emissão. Se a transição foi da camada L para a camada K, tem-se a configuração de linhas de emissão de raios X característicos K_{α} . Porém, se essa transição ocorrer da camada M para a camada K, tem-se a configuração $k_{\beta 1}$. E de maneira análoga, existe as linhas de emissão L_{α} e L_{β} , que são consequências da transição entre as camadas M e N, nessa ordem (ASFORA, 2010).

Portanto, a técnica de FRX consiste em um método analítico para determinar a composição química de um certo material em análise. É um método qualitativo não destrutivo, e semiquantitativo (BROUWER, 2010). A figura 17 apresenta esquematicamente o funcionamento de emissão de energia recepção dos raios X característicos na FRX.

Figura 17- Arranjo da fluorescência de raios X

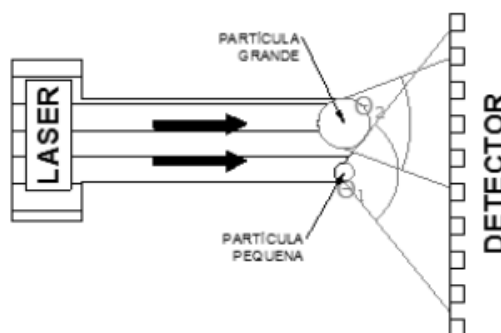


Fonte: Adaptado de Estevam e Appoloni, 2009.

3.8.4 Análise granulométrica por difração a laser

A difração a laser mede o tamanho de partícula por meio da variação do ângulo da intensidade da luz espalhada à medida que um feixe de laser passa por uma partícula. Aquelas partículas que possuem um tamanho considerável têm tendência em espalhar luz com pequena angulação, já as partículas com tamanhos menores tendem a dispersar a luz em grandes ângulos (figura 18). Então, para calcular o tamanho das partículas é necessário a análise dos dados de intensidade de espalhamento angular (MARLVERN, 2015).

Figura 18 – Análise do tamanho de partícula pela difração do laser



Fonte: Pinheiro, 2018.

Essa análise possui algumas vantagens como: curto período de análise, alta repetibilidade, faz uso de pouca amostra (em torno de 1g) e a possibilidade de determinação de partículas com dimensões de até 0,2 μm . Ou seja, é um método relativamente simples e rápido, possibilitando ampliação do uso do mesmo (PINHEIRO, 2018).

3.9 Método de Separação das Frações de Silte e Argila pelo Método da Sedimentação – Lei De Stokes

As partículas podem ter várias formas, que estão diretamente relacionadas com algumas propriedades, como: empacotamento, fluidez, capacidade de cobertura de pigmentos, dentre outras. Por isso, é necessário analisar os diâmetros das partículas que compõem a matéria prima. Existem diversas técnicas de análise granulométrica, que dependem da faixa granulométrica do

material em análise. A escolha do método adequado para o estudo da granulometria depende do tamanho das partículas presentes na amostra (LIMA; LUZ, 2001).

O método da sedimentação é o principal ensaio para análise dos finos. Tal método se dá a partir da aplicação da lei de Stokes, o qual leva em consideração que a partícula a ser analisada possui forma esférica. No entanto, essa técnica possui um ponto negativo caso a análise demande agilidade, pois o primeiro dia é reservado para preparação das amostras, com repouso imersa em defloculante e o outro dia é destinado a interpretação no densímetro, essa etapa é necessária para confecção da curva granulométrica (HICKEL *et al.*, 2017).

Uma partícula que está imersa em um certo fluido (podendo ser gás ou líquido), sofre a ação da força gravitacional, mas também está sujeito a uma força resistiva, que depende de dois fatores: o regime de escoamento e a morfologia da partícula. Quando essa força gravitacional entra em equilíbrio com a força resistiva, a partícula sedimenta e atinge uma velocidade terminal (LIMA; LUZ, 2001). Esse é o princípio da lei de Stokes, que consiste em determinar a variação da velocidade que uma partícula sofre uma queda em função do diâmetro (FRANÇA; COUTO, 2007). A equação 2 mostra teoricamente a lei de Stokes.

$$V_t = \frac{(\rho_s - \rho_f)gd}{18\mu} \quad (2)$$

Onde:

V_t = velocidade terminal da partícula;

ρ_s = massa específica do sólido;

ρ_f = massa específica do fluido;

g = aceleração da gravidade;

d = diâmetro;

μ = viscosidade do fluido;

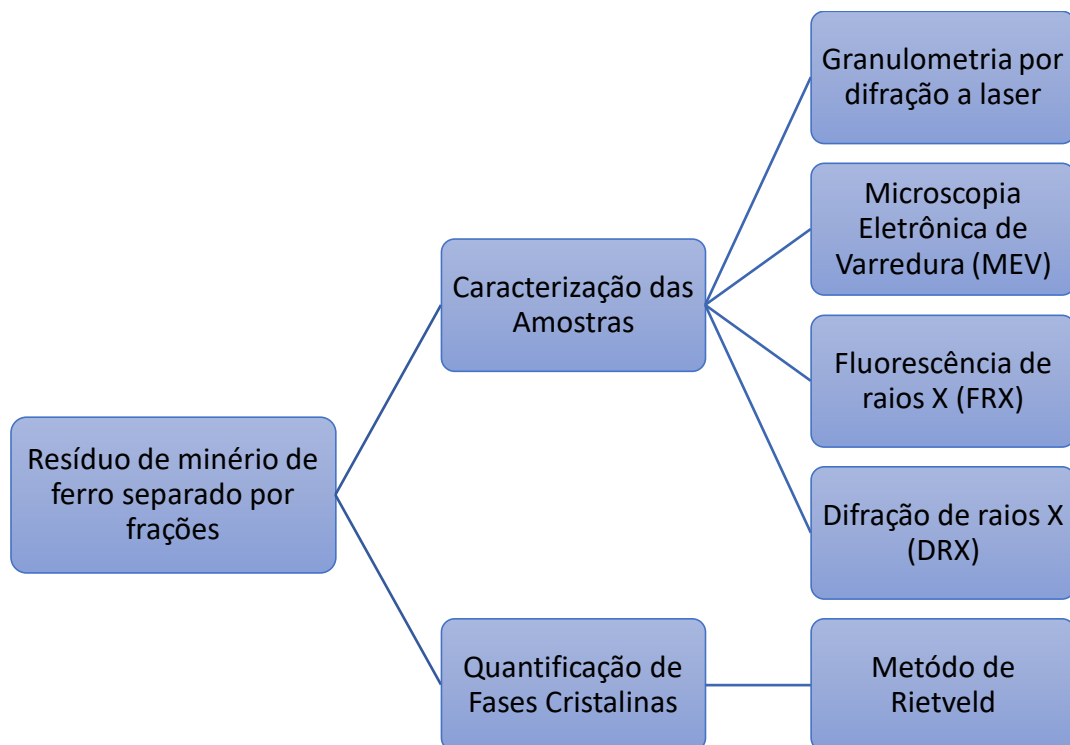
Com isso, a lei Stokes mostra que a velocidade terminal da partícula sedimentando no fluido é diretamente proporcional ao tamanho da partícula e da massa específica, mas inversamente proporcional à viscosidade do fluido. Então, para determinar o tamanho de uma partícula (como função do tempo que ela levar para sedimentar), pode ser utilizada a lei de Stokes (FRANÇA; COUTO, 2007).

4 METODOLOGIA

Para o desenvolvimento do presente trabalho, inicialmente realizou-se a caracterização do resíduo de minério de ferro por frações (silte, areia, argila e amostra geral), proveniente da barragem de Fundão, em Mariana/MG, com o intuito de avaliar seus componentes, foram realizados os ensaios de difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após a caracterização, realizou-se a quantificação das fases minerais pelo método de Rietveld e a análise dos resultados, buscando uma sugestão para reutilização desse resíduo na produção de peças cerâmicas.

É importante ressaltar que, as amostras de silte, argila, areia e amostra geral foram utilizadas como recebidas, ou seja, a autora não realizou a separação das frações pelo método da sedimentação (Lei de Stokes) e a separação da fração areia por peneiramento. O fluxograma (figura 19) demonstra as etapas realizadas ao longo do trabalho.

Figura 19 - Fluxograma da metodologia aplicada



Fonte: Própria autora.

4.1 Caracterização das Amostras

4.1.1 Análise granulométrica por difração a laser

A análise granulométrica foi realizada nas amostras em estudo, utilizando o analisador de partículas a laser CILAS modelo 1090. O equipamento apresenta faixa analítica de 0,04 a 500 μm , 64 detectores, 100 classificações de tamanho de partículas e 2 emissores de laser para envolver essa faixa analítica citada anteriormente.

4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises no MEV foram realizadas por meio do equipamento Shimadzu SSX-550. Os resultados foram gerados com detector de elétrons secundários que possibilitou a geração de imagens da morfologia das amostras. Para isso, as amostras que estavam na configuração de pó, foram fixadas em uma fita de carbono e recobertas com ouro. As ampliações utilizadas foram de 500x e 200x.

4.1.3 Fluorescência de raios X (FRX)

A determinação da composição química qualitativa foi realizada por meio do equipamento da Shimadzu EDX-720, vale ressaltar que os resultados são semiquantitativos. As análises foram realizadas em pós, com atmosfera a vácuo e em termos de óxidos.

4.1.4 Difração de raios X (DRX)

As análises no DRX, pelo método pó, foram realizadas utilizando o difratômetro Shimadzu XRD – 7000 nas seguintes condições de operação: radiação $\text{CuK}\alpha$ (35KV/ 40mA), velocidade do goniômetro $0,02^\circ$ em 2θ por passo, com o tempo de contagem de 5,0 segundos

por passo e coletados de 5° a 80° em 2 θ . As interpretações dos espectros foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF 02 (ICDD, 2003).

4.2 Quantificação de Fases Cristalinas por Meio do Método Rietveld

Para a quantificação das fases presentes foi utilizado o método de refinamento Rietveld por via do software GSAS (LARSON; VON DREELE, 2001) com a interface EXPGUI (TOBY, 2001) fazendo uso da função de perfil pseudo-Voigt de Thompson-Cox-Hastings, sendo a radiação de fundo ajustada pelo polinômio de Chebyshev. As variáveis que foram refinadas são: o fator de escala, célula unitária, radiação de fundo, assimetria do perfil, parâmetros da largura total à meia altura, a partir dos parâmetros de alargamento instrumental obtidos com um padrão, posição atômica, deslocamentos atômicos isotrópicos e fatores de ocupação dos cátions.

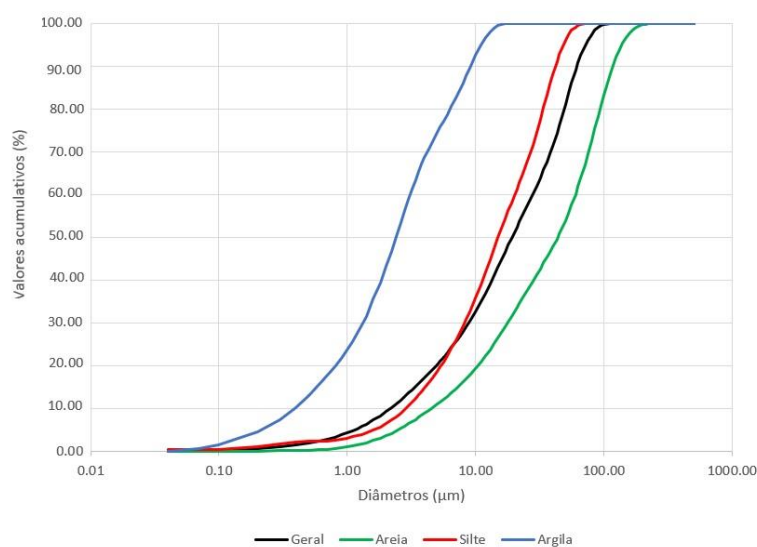
Os dados cristalográficos das fases identificadas, para cada amostra, foram inseridos no software GSAS – com a Interface EXPGUI, após a busca nos bancos de dados American Mineralogist Crystal Structure Database (AMCSD) e Crystallography Open Database (COD), junto com o difratograma experimental obtido. O refinamento foi realizado em conjuntos de três ciclos por parâmetro refinado para acompanhar a análise. Ao final fez a avaliação do desvio quadrático médio χ^2 e ajuste do gráfico com objetivo de avaliar a qualidade do refinamento.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análise Granulométrica por Difração a Laser

A figura 20 e a tabela 4 mostram os resultados obtidos por meio da técnica de análise granulométrica por difração a laser. Pôde-se observar uma variação dos diâmetros das partículas. A amostra de silte apresenta a maior distribuição, com um D_{50} de 15,03 μm . Enquanto a amostra argila exibe a menor distribuição, com um D_{50} de 2,38 μm .

Figura 20 – Curvas de distribuição granulométrica para as frações de argila, silte, areia e amostra geral



Fonte: Própria autora.

Tabela 4 - Distribuição de tamanho das partículas das amostras

Material	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)	Diâmetro médio (μm)
Argila	0,39	2,38	9,14	3,61
Silte	2,83	15,03	41,87	19,35
Areia	4,48	43,52	117,40	53,39
Amostra Geral	2,15	19,18	61,51	26,77

Fonte: Própria autora.

De acordo com os resultados da análise granulométrica por difração a laser, o resíduo pode ser considerado como fino, onde partículas devem apresentar diâmetros entre 10 μm e 100 μm (SANTOS, 2012). Vale ressaltar que a granulometria fina pode ser um fator favorável na reutilização desse tipo de resíduo na produção de peças cerâmicas, pois o tamanho de partículas pode influenciar no empacotamento durante o processo de prensagem, e, conseqüentemente, nas propriedades físicas e mecânicas dos produtos (CHRISTOFOLETTI; MORENO, 2017).

A norma NBR 6502 (Rochas e Solos) classifica o silte com diâmetros compreendidos entre 0,002 mm e 0,06 mm, argila com partículas com dimensões menores que 0,002 mm e areia com diâmetros compreendidos entre 0,06 mm e 2,0 mm. Pode-se observar que, de acordo com os resultados obtidos (tabela 4 e figura 20) o método de separação por sedimentação, utilizado para a separação do silte da argila, não teve eficácia em sua totalidade, visto que há frações de silte na argila, pois 90% da amostra possui granulometria de 9,14 μm e um diâmetro médio de 3,61 μm , o que extrapola as dimensões preestabelecidas pela norma. Mas o resultado não é conclusivo, pois a argila e o silte tem tendência de se aglomerarem. E essa tendência afeta diretamente os resultados de granulometria por difração a laser, pois a análise é realizada com as partículas em suspensão e em meio líquido a argila e o silte tendem naturalmente à aglomeração devido à atuação de forças de Van der Waals (PANDOLFELLI *et al.*, 2000; GOMES *et al.*, 2005).

Para melhor avaliar a separação do silte da argila por análise granulométrica a laser, deve-se utilizar defloculantes e dispersantes, estes, por sua vez podem alterar a natureza das cargas superficiais das partículas, provocando repulsão entre elas (BRITO, 2018).

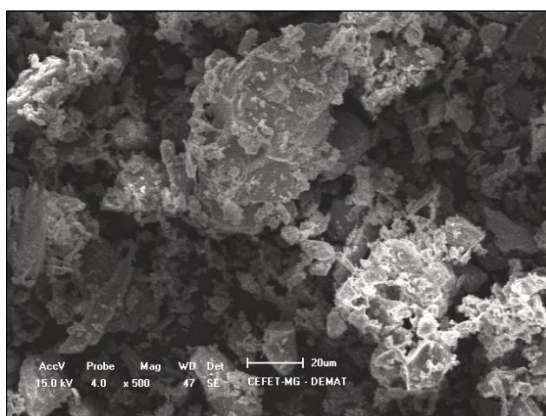
5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As figuras 21, 22, 23 e 24 apresentam as microestruturas/morfologia das amostras de silte, areia, argila e amostra geral respectivamente, obtidas por meio da microscopia eletrônica de varredura. Observa-se que todas as amostras apresentam agregados com bordas irregulares, sugerindo que as fases mineralógicas majoritárias sejam as mesmas, o que é um indicativo da presença de filossilicatos (argilominerais) (BOUROTTE, 2006; CULTRONE, 2005). Além disso, o formato irregular e com uma disposição aleatória, pode contribuir para reduzir a orientação preferencial das partículas durante o processo de prensagem.

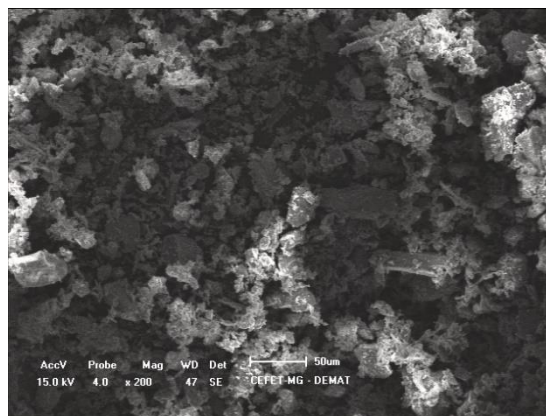
Na figura 22 (a e b), para a amostra de areia, observa-se a existência de partículas no formato angulares, com tamanhos consideráveis e irregulares, que possivelmente seja o quartzo, pois a areia apresenta como fase majoritária o quartzo (ANDRADE, 2014). As figuras 23 (a e b) e 24 (a e b) apresentam partículas menores associadas às grandes, isso é característico de argilominerais, e que provavelmente sejam partículas com dimensões de argila ou silte aglomerados na superfície de quartzo (ANDRADE, 2014).

Vale ressaltar também que análise morfológica confirma a tendência de aglomeração das frações de silte e da argila, como pode ser observado nas figuras 21 (a e b) e 23 (a e b). Reforçando, dessa forma, que não é possível avaliar com exatidão a eficiência do método de separação desses materiais por sedimentação (Lei de Stokes).

Figura 21 - Imagens da morfologia do silte



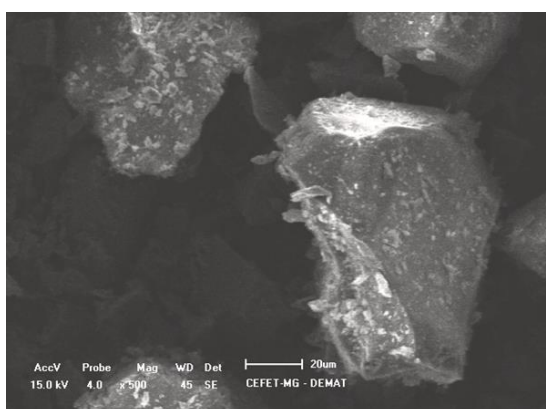
(a)



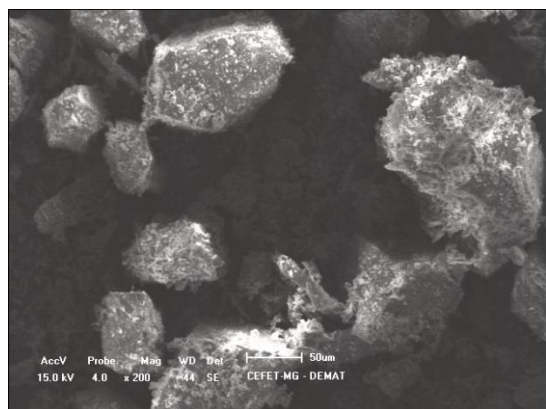
(b)

Fonte: Própria autora.

Figura 22 - Imagens da morfologia da areia



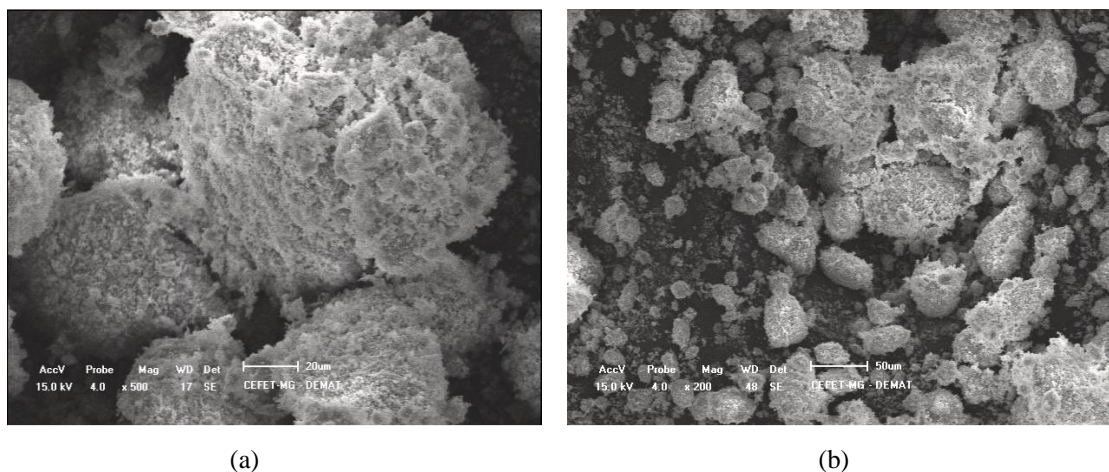
(a)



(b)

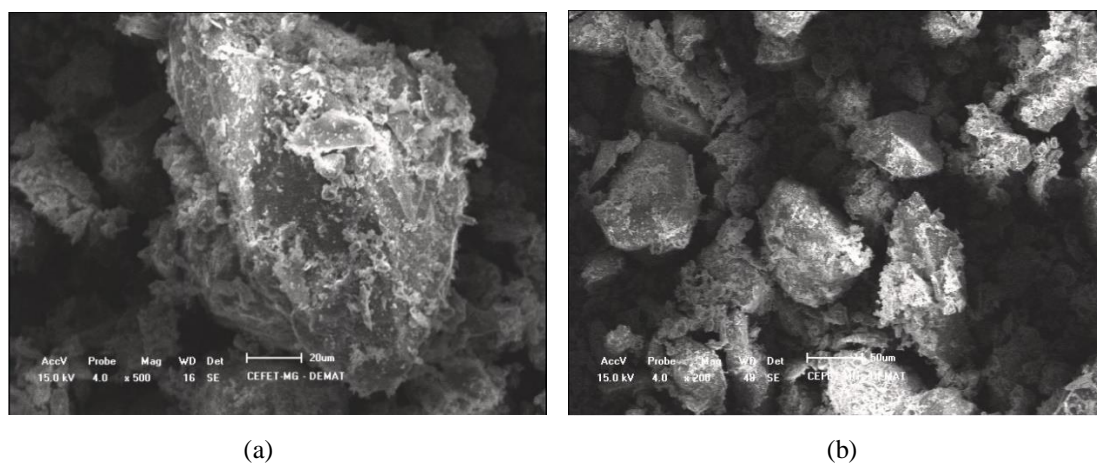
Fonte: Própria autora.

Figura 23- Imagens da morfologia da argila



Fonte: Própria autora.

Figura 24 - Imagens da morfologia da amostra geral



Fonte: Própria autora.

5.3 Fluorescência de Raios X (FRX)

A tabela 5 apresenta os resultados da análise química qualitativa obtida por meio da fluorescência de raios X das amostras do resíduo separadas nas frações silte, areia, argila e amostra geral (amostra antes da separação por frações). Observa-se que os elementos preponderantes são os óxidos ferro (Fe_2O_3), de silício (SiO_2) e de alumínio (Al_2O_3), o que já era esperado pelo fato do material ser proveniente da mineração.

Tabela 5 – Resultados de composição química qualitativa

Componente	Silte	Areia	Argila	Amostra Geral
Fe ₂ O ₃	59%	9%	46%	47%
SiO ₂	34%	86%	42%	46,0%
Al ₂ O ₃	6,0%	4%	10,0%	6%
TiO ₂	-	-	< 1,0%	-
MnO	< 1,0%	< 1,0%	< 1,0%	< 1,0%
Outros	< 1,0%	< 1,0%	< 1,0%	< 1,0%

Fonte: Própria autora.

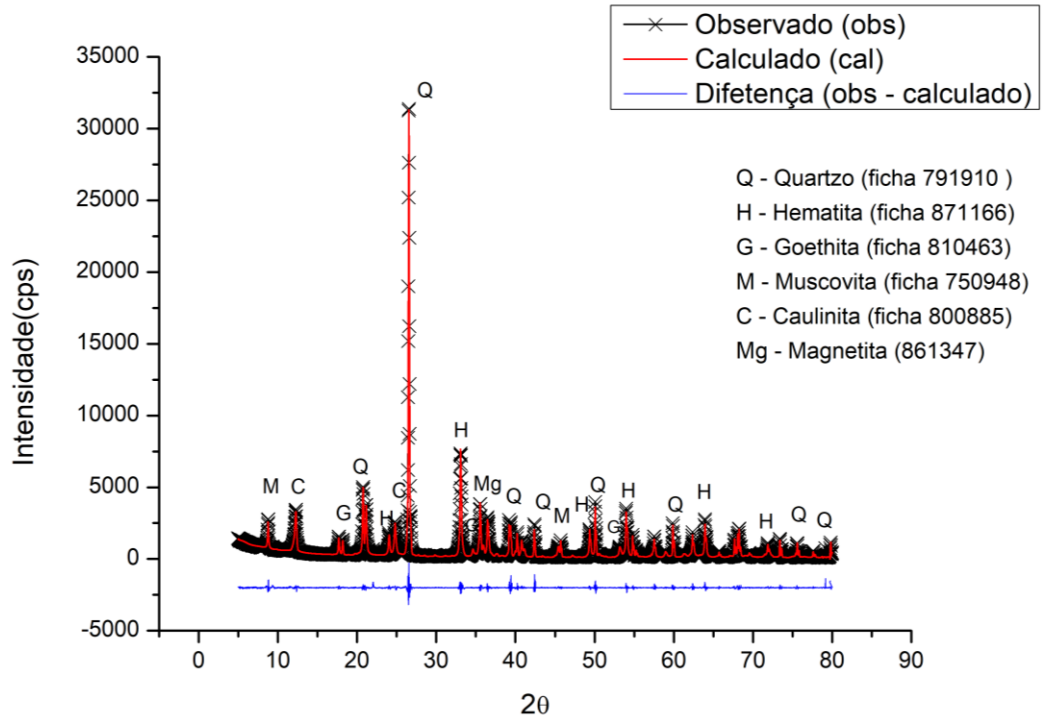
Nota-se que a amostra de areia possui alto teor de SiO₂ (em torno de 86%) que é característico desse tipo de material. Além disso, o tipo de lama fina que era depositada na barragem que possuía características arenosas e advindas do processamento do minério (ÁVILA *et al.*, 2021). Segundo Souza e Santos (1998) o teor de dióxido de silício (SiO₂), pode estar associado aos silicatos, feldspatos e muscovitas. Já o teor de óxido de ferro e óxido de alumínio podem estar associados aos argilominerais presentes no resíduo.

A presença do óxido de alumínio pode ser explicada também pela formação geológica da região em que barragem estava localizada (Mariana, MG), caracterizada por possuir itabirito anfibolítico, os quais podem estar associados à caulinita (ROCHA, 1997; MILANEZ; LOSEKANN, 2016). Segundo Gomes (2011), de uma forma geral, os óxidos de alumínio apresentam-se em maior teor nas frações mais finas dos resíduos (silte e argila). Além disso, nota-se traços do óxido de titânio e óxido de manganês.

5.4 Quantificação de Fases pelo Método de Rietveld

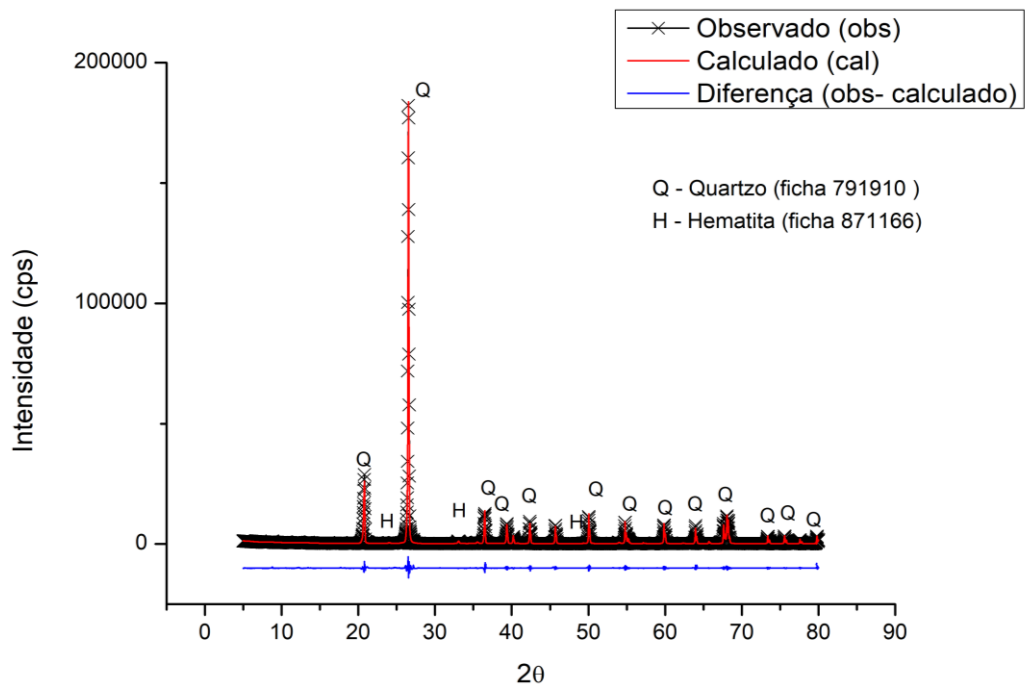
As figuras 25, 26, 27 e 28 representam os difratogramas refinados e as fases mineralógicas presentes nas amostras de silte, areia, argila e amostra geral, respectivamente. Nota-se que as amostras de silte, argila e amostra geral possuem as fases quartzo (SiO₂), hematita (Fe₂O₃), goethita (FeO(OH)), muscovita (KAl₂(Si₃Al)O₁₀(OH,F)₂), caulinita ((Al₄(Si₄O₁₀)OH)₈) e magnetita (Fe₃O₄) e a amostra de areia possui apenas quartzo e hematita em sua composição.

Figura 25 – Difratoograma refinado para a amostra de silte



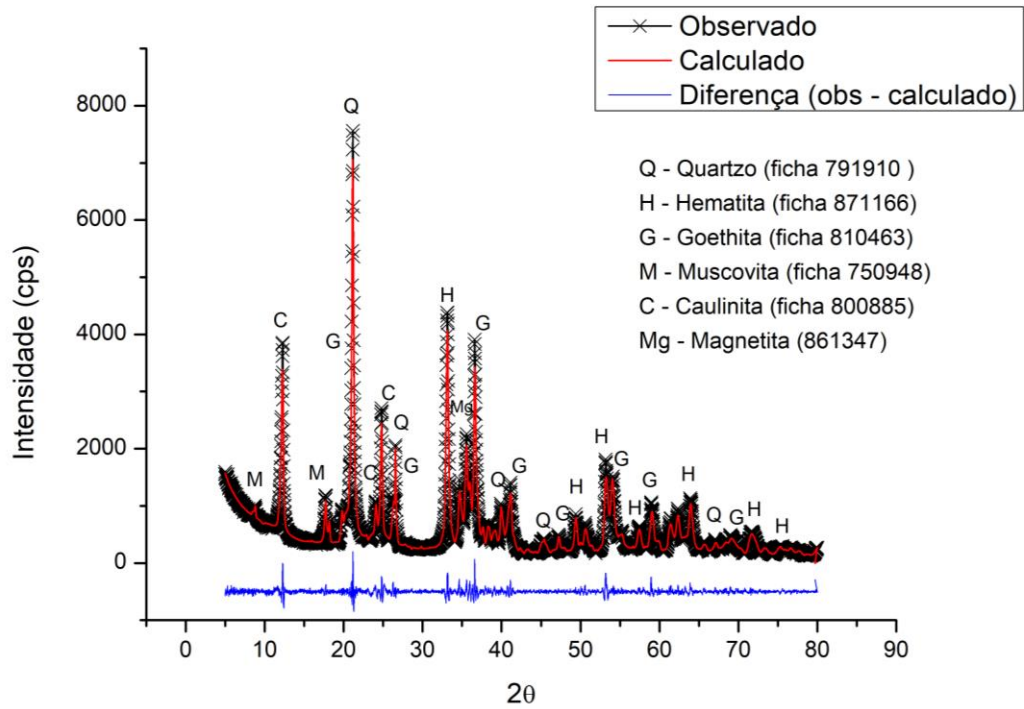
Fonte: Própria autora.

Figura 26 – Difratoograma refinado para a amostra de areia



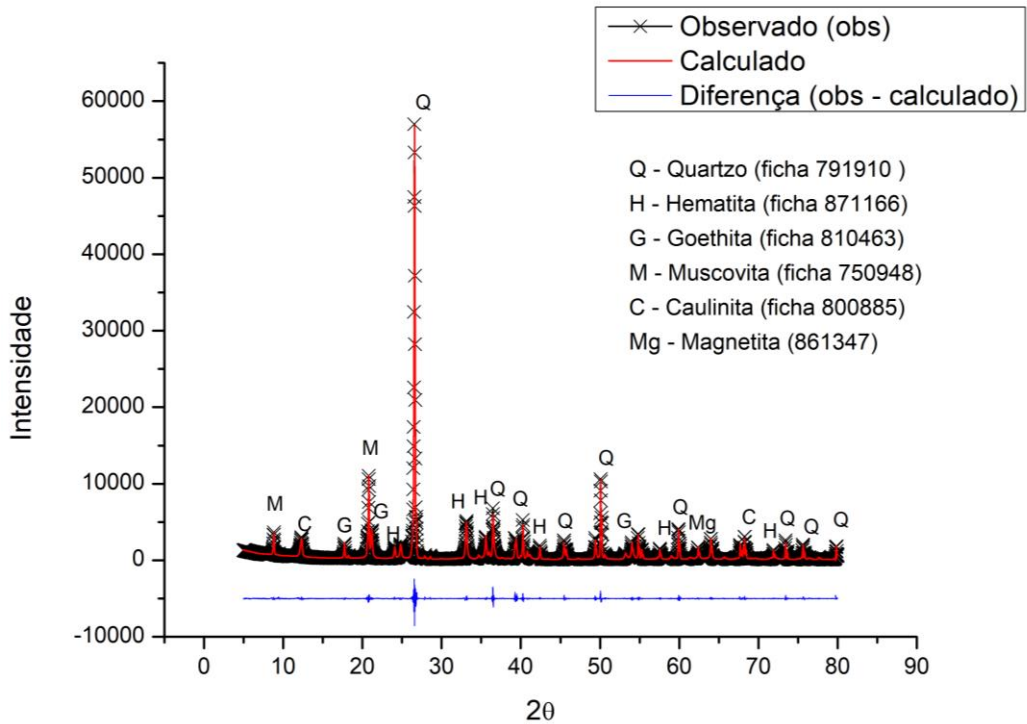
Fonte: Própria autora.

Figura 27 – Difratoograma refinado para a amostra de argila



Fonte: Própria autora.

Figura 28– Difratoograma refinado para a amostra geral



Fonte: Própria autora.

Por meio da análise dos resultados, pode-se verificar que todo óxido de ferro presente na amostra está contido nos minerais de ferro. O óxido de alumínio, por sua vez, é derivado da caulinita e muscovita. O óxido de silício está presente no quartzo, muscovita e na caulinita. Portanto, a presença dessas fases está de acordo com os resultados da análise química (tabela 5) e com os resultados obtidos por Paiva (2015) e Silva (2018). De maneira similar, Campanha (2011) destacou esses minerais como os principais existentes nos resíduos de minério de ferro coletados em uma usina de Mariana (MG).

Nota-se que em todos os difratogramas apresentaram um bom ajuste do perfil, visto que a linha azul mostra uma pequena diferença de intensidades entre o observado e o calculado. Além disso, segundo Post e Bish (apud PAIVA *et al.*, 2019) a eficiência do método de Rietveld é baseada em alguns indicadores que são analisados durante e depois do refinamento para orientar se os procedimentos estão direcionados para um bom refinamento. Nesse trabalho o parâmetro χ^2 foi avaliado, e os valores calculados para as amostras silte, areia, argila e amostra geral foram 4,8 / 3,5 / 3,1 / 5,3, respectivamente. A variável χ^2 deve ter o seu valor o mais próximo possível de 1, no entanto, valores em torno de 5 indicam um refinamento satisfatório (MCCUSKER *et al.*, 1999).

Entretanto, pôde-se observar nas figuras 25, 26, 27 e 28 que o maior desajuste mostrado pela linha da diferença (azul) está associado ao pico do quartzo. Provavelmente, esse desajuste ocorre devido ao deslocamento de 2θ e a simetria do pico de quartzo. Mas, a principal causa desse desajuste está no fato de se tratar de uma amostra composta por vários minerais (WEIDLER *et al.*, 1998). Estes desajustes, podem afetar o resultando final da análise e a sua interpretação, mostrando a complexidade do método.

A tabela 6 mostra as porcentagens de cada fase mineralógica que compõem as amostras de silte, argila, areia e amostra geral. Observou-se que ocorreu uma predominância da fase quartzo, variando de 98,4%, 56,6% e 38,9%, para as amostras areia, amostra geral e silte, respectivamente. Os minerais de ferro (hematita, magnetita e goethita) são majoritários na amostra de argila (66%). A fase caulinita varia de 24,1%, 16,9% a 12,3%, para as amostras argila, geral e silte, respectivamente. Também deve-se destacar a presença da fase muscovita com 23,9% no silte.

Tabela 6 - Quantidade de fases presentes nas amostras obtidas pelo refinamento de Rietveld

Amostra				
Fase	Silte (%)	Areia (%)	Argila (%)	Amostra Geral (%)
Quartzo	38,9 ($\mp 0,2$)	98,4($\mp 0,2$)	2,8 ($\mp 0,03$)	56,6 ($\mp 0,09$)
Hematita	16,9 ($\mp 0,07$)	1,6 ($\mp 0,04$)	11,6 ($\mp 0,08$)	10,1 ($\mp 0,06$)
Goethita	7,8 ($\mp 0,05$)	-	54,4 ($\mp 0,04$)	6,4 ($\mp 0,07$)
Muscovita	23,9 ($\mp 0,2$)	-	4,8 ($\mp 0,03$)	9,6 ($\mp 0,07$)
Caulinita	12,3 ($\mp 0,07$)	-	24,1 ($\mp 0,07$)	16,9 ($\mp 0,08$)
Magnetita	0,1 ($\mp 0,03$)	-	2,34 ($\mp 0,09$)	0,4 ($\mp 0,02$)

Fonte: Própria autora.

A alta composição da fase quartzo, como observado na Tabela 6, já era esperado pois o quartzo é o mineral não ferroso que mais se encontra associado ao minério de ferro (PIRES, 2020). A presença da goethita pode ser explicada pelo fato de que em ambientes com drenagem deficiente, a barragem de resíduo se encaixa nessa circunstância, provavelmente, ocorre a hidratação e dissolução da hematita, ocasionando a transformação em goethita, como foi apresentado por Barbosa et al. (2009) e Motta et al. (2002). A presença de caulinita e muscovita no resíduo, possivelmente, é advinda da formação geológica das rochas e do solo, que compõem a região (SAMPAIO, 2017).

A elevada concentração de minerais de ferro em conjunto com a granulometria da argila sugere que a maior parte dos óxidos de ferro presentes neste resíduo possuem granulometria fina (como pode ser observado na análise granulométrica por difração a laser), devido às operações de britagem, moagem, deslamagem e concentração do minério de ferro. Neste sentido, pode ser observado, também, um alto percentual de minerais de ferro no silte.

5.5 Avaliação da Reutilização do Resíduo de Minério de Ferro como Matéria-Prima para Produção de Materiais Cerâmicos

A caracterização do resíduo é de fundamental importância para avaliar a sua reutilização em materiais cerâmicos ou na produção de qualquer outro tipo material que faça uso de resíduo

de minério, pois através dela é possível avaliar o efeito, benéfico ou não, que cada fase pode ter durante a produção das peças e a influência nas propriedades finais.

Com base nas informações obtidas pela granulometria das amostras, observa-se que a totalidade das amostras apresentam granulometria inferior a 117,40 μm , como na amostra geral que apresentou D_{90} de 61,51 μm . Aliada a esta granulometria, tem-se uma composição química formada, basicamente, por uma mistura de óxidos de ferro, óxido de silício e óxido de alumínio (tabela 4), na forma de goethita, magnetita, hematita, quartzo, caulinita e muscovita (tabela 5). Neste sentido, a reutilização em que se pode avaliar a aplicação deste resíduo estão relacionados às incorporações no cimento, concretos e argamassa, e, principalmente, à incorporação em materiais cerâmicos para fabricação de tijolos e telhas e em cerâmicas artesanais.

A fase caulinita presente nas amostras pode ser responsável pela plasticidade (propriedade necessária para a prensagem de peças cerâmicas) quando a mesma é misturada com água. Por outro lado, a presença de muscovita pode acarretar defeitos (trincas) na peça cerâmica após sinterização. Isto se deve ao fato da muscovita ser um mineral com textura lamelar (SOUZA, 2007).

De acordo com Cabral *et al.* (2008), o quartzo é fundamental para a resistência a verde dos materiais cerâmicos, favorecendo o manuseio das peças em etapas anteriores à sinterização. Mas, a transformação do quartzo α para quartzo β durante a sinterização pode provocar o surgimento de trincas, diminuindo a resistência à fratura e aumentando a capacidade de absorção de água das cerâmicas.

Os minerais de ferro (magnetita, goethita e hematita) podem reduzir, principalmente, a refratariedade e alterar a cor dos materiais cerâmicos após a sinterização (CABRAL *et al.*, 2008). Essa alteração na cor pode interferir nos aspectos decorativos das cerâmicas artesanais. Já a muscovita, quando tem granulometria fina, pode atuar como fundente devido à presença do óxido de potássio e, dessa forma, contribuir para a sinterização por fase líquida (GOMES *et al.*, 2019).

Entretanto, a presença de grande quantidade de óxidos de ferro pode inviabilizar a substituição, em grande escala, das argilas nos materiais cerâmicos, pois podem contribuir para o aparecimento de trincas. Mas os resíduos com elevados teores de óxidos de ferro, quando incorporados em pequenas quantidades nos materiais cerâmicos, podem contribuir com o processo de sinterização, pois mantém a temperatura durante o resfriamento, evitando problemas e defeitos nas peças (BAUER *et al.*, 2012).

O elevado teor de finos é indesejável quando se trata de uso desse tipo de resíduo como agregado miúdo para concreto. A norma da ABNT NBR 7211/09 (ABNT, 2009), estabelece que o material a ser utilizado para este fim deve ter um valor máximo de finos entre 3 a 5%, dependendo da utilização do concreto. Entretanto, um teor mais elevado de finos pode ser utilizando como aditivo no concreto (BAUER *et al.*, 2012).

Além das aplicações citadas, esse tipo de resíduo também pode ser reutilizado para produção de argamassa (FONTES *et al.*, 2014), como filler para concentrados asfálticos e também para usos em obras de pavimentação (BAUER *et al.*, 2012).

Portanto, aspectos econômicos, tecnológicos e ambientais devem ser levados em consideração para a avaliação de reaproveitamento do resíduo de mineração. Além das particularidades minerais e físicas, deve-se avaliar também os possíveis riscos que o novo produto pode causar a saúde. E ainda, se necessário, realizar capacitação de mão de obra especializada e o controle de destinação desses produtos (SILVEIRA, 2015).

6 CONCLUSÕES

A análise granulométrica por difração a laser obteve um diâmetro médio das amostras argila, silte, areia e amostra geral de 3,61 μm , 19,35 μm , 53,39 μm e 26,77 μm respectivamente. No entanto, verificou-se que as amostras finas (silte e argila), obtidas por meio do método de separação por sedimentação, necessita de uma retificação, pois a norma que rege em relação a granulometria das partículas finas, determina que a classificação silte abriga partículas com diâmetros entre 0,002 mm e 0,06 mm e a argila diâmetros inferiores a 0,002 mm. Notou-se a possibilidade de haver frações de silte na argila pelo fato da granulometria não estar de acordo com a norma.

Através das imagens geradas pelo MEV, pode-se verificar a presença de uma morfologia irregular e angular, com partículas consideravelmente grandes quando comparadas com a demais, e que possivelmente seja quartzo. Essas partículas menores estão aderidas nas superfícies das maiores e essas provavelmente são argilominerais.

De acordo com os resultados obtidos pelo FRX, as amostras de silte, argila e amostra geral apresentaram teores relevantes de Fe_2O_3 , 59%, 46% e 47%, respectivamente. A areia apresentou o maior teor de SiO_2 , com 86%, enquanto o silte exibiu um teor de 34%, a argila 42% e a amostra geral 46%. O teor de Al_2O_3 variou entre 4% a 10% nas amostras.

Quanto à difração e ao refinamento de Rietveld, pode-se notar a presença das seguintes fases nas amostras de silte, argila e amostra geral: quartzo, hematita, goethita, muscovita, caulinita e magnetita. A fase quartzo apresenta os teores de 38,9% (silte), 2,8% (argila) e 56,6% (amostra geral) e os minerais de ferro também tiveram um percentual considerável. Já na amostra de areia houve predominância somente de quartzo e hematita, com teor de 98,4% e 1,6%, respectivamente. Além disso, os resultados dos refinamentos tiveram boa concordância, devido ao parâmetro de refinamento χ^2 , que estava próximo de 1 e abaixo de 5 bem como a diferença entre o difratograma teórico e experimental foi pequena.

A metodologia aplicada é de extrema importância, uma vez que esta avalia a composição e as fases existentes, os diâmetros e a morfologia das partículas presentes e analisa a viabilidade da reutilização do resíduo como matéria-prima para a elaboração de materiais cerâmicos. Através da caracterização é possível estabelecer como o material irá se comportar mediante as atividades requeridas e como cada fase irá influenciar no processamento das peças.

Portanto, através da comparação dos resultados obtidos neste estudo com os demais trabalhos desenvolvidos por outros autores (já mencionado anteriormente), que avaliaram o resíduo de mineração de ferro, conclui-se que este material possui grande potencial para ser reutilizado como matéria-prima na elaboração de materiais cerâmicos. Reduzindo, dessa forma, os impactos ambientais causados pela disposição desse resíduo.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a caracterização EDS em conjunto com o MEV para avaliar com maior precisão a composição em conjunto com morfologia.
- Produzir corpos de prova para realizar ensaios mecânicos.
- Realizar estudos para avaliar a aplicação do resíduo de mineração como composição da massa de cimento.
- Avaliar e comparar outro método de quantificação de fases mineralógicas.
- Realizar ensaios de liquidez e plasticidade para avaliar a proporção de rejeito que deve ser adicionado a massa cerâmica.
- Otimização dos resultados obtidos nesse trabalho, utilizando inclusive outras técnicas de caracterização.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 6502: Análise Granulométrica – Rochas e Solos**. Rio de Janeiro, 1995.

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7211: Agregados para concretos - especificações**. Rio de Janeiro, 2009.

ALBERS, A. P. F. *et al.* Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. **Cerâmica**, São Paulo, v. 48, n. 305, p. 34-37, Mar. 2002.

ALBUQUERQUE FILHO, L.H, **Análise do comportamento geotécnico de barragens de rejeitos de minério de ferro através de ensaios de piezocone**. 2004. Tese de Mestrado, Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, p.192.

ANDRADE, L. C. R. **Caracterização de resíduos de mineração de ferro, in natura e segregados, para aplicação como material de construção civil**. 2014. 112f. Tese (Doutorado)–Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2014.

APAZA, F. R. de R. *et al.* Estudo sobre a utilização de Minério de Ferro em microrrevestimento asfáltico. **Transportes**, [S.I.], v. 26, n. 6, 31 ago. 2018. Quadrimestral.

ASFORA, V. K. **Fluorescência de raios X por dispersão de energia aplicada a caracterização**. 105 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2010.

ARAÚJO, C. B. **Contribuição ao estudo do comportamento de barragens de rejeito de mineração de ferro**. 2006. 145 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

ÁVILA, J. P. de; SAWAYA, Marta; SAYÃO, Alberto S. F.; FERREIRA, Leonardo A.. Safety of Tailings Dams in Brazil: Assessment of Recent Accidents. **Geotecnia**, [S.I.], n. 152, p. 435-464, jul. 2021.

ÁVILA, K. de S. P. **Caracterização mineralógica de rejeitos de flotação de itabiritos do Quadrilátero Ferrífero utilizando mineralogia quantitativa eletrônica**. 2018. Dissertação (Mestrado em engenharia de materiais) - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2018.

BAKER, P; SWEENEY, M. S; MCELROY, J. **Residents calling it an environmental disaster: tailings pond breach at Mount Polley Mine near Likely**, BC. Globo News, Canada, 04 ago. 2021. Disponível em: <<http://globalnews.ca/news/1490361/tailings-pond-breach-at-mount-polleymine-near-likely-bc/>> Acesso em: 27 jan. 2022.

BARBOSA, I. O.; LACERDA, M. P. C.; BILICH, M. R. **Relações pedomorfogeológicas nas chapadas elevadas do Distrito Federal**. Revista Brasileira Ciência do Solo, v. 33, n. 5, p. 1379-1383, 2009.

BAUER, L. A. F; NORONHA, M. A. A. FALCÃO BAUER, R. J. **Uso de aditivos no concreto**. In: FALCÃO BAUER, L. A. *Materiais de Construção*. Vol. 1. 5 ed. 35-63 p. 2012.

BBC NEWS BRASIL. **O que já se sabe sobre o impacto da lama de Mariana?**. São Paulo, 2015.

BEZERRA, C. G. **Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento**. 2017. 158 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.

BICALHO, H. de A. **Desenvolvimento de compósitos contendo nitreto de carbono grafítico e um rejeito da mineração de ferro e suas aplicações catalíticas em remediação ambiental**. 2019. 89 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019.

BORBA, C. D. G. **Obtenção e caracterização de vitrocerâmicos de nefelina: Medição de tamanhos de cristalino e quantificação de fase por difração de raios X**. 2000. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

BOUROTTE, C., FORTI, M. C., MELFI, A. J., LUCAS Y. Morphology and solutes content of atmospheric particles in an urban and a natural area of São Paulo state, Brazil. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 170, p. 301-316, 2006.

BRASIL. **Desempenho do setor mineral em 2020 supera expectativas**. 2021. Disponível em: <https://www.gov.br/pt-br/noticias/financas-impostos-e-gestao-publica/2021/02/desempenho-do-setor-mineral-em-2020-supera-expectativas>. Acesso em: 21 mar. 2021.

BRASIL. Laudo Técnico Preliminar: **Impactos ambientais decorrentes do desastre envolvendo o rompimento da barragem de Fundão, em Mariana, Minas Gerais**. In: Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis – IBAMA. Minas Gerais, 2015.

BRASIL. P. S. L. De C. **Minério de ferro**. Disponível em: https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/bitstream/1408/4802/1/BS%2039%20min%C3%A9rio%20de%20ferro_P.pdf. Acesso em: 29 mar. 2021.

BRITO, B. M. A. de. **Estudo comparativo de dispersantes químicos na distribuição granulométrica a laser de argilas**. 2018. 132 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba, Brasil, 2018.

BROUWER, Peter. **Theory of XRF**. 3. ed. [S.I.]: Panalytical Bv, 2010. 59 p.

CABRAL, A. S. **Rotas de processo para minérios goethíticos**. 2010. 122 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.

CABRAL JÚNIOR, M. MOTTA, J. F. M. ALMEIDA A. S. **Argila para cerâmica vermelha**. In: Rochas Minerais Industriais: Usos e Especificações. Rio de Janeiro: CETEM. Cap. 33. pág. 747 – 770. 2008.

CAMPANHA, A. **Caracterização de rejeitos de minério de ferro para uso em pavimentação**. 2011. 86 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2011.

CARVALHO, P. S. L. de; SILVA, M. M. da; ROCIO, M. A. R.; MOSZKOWICZ, J. **Minério de ferro**. Disponível em: https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/bitstream/1408/4802/1/BS%2039%20min%c3%a9rio%20de%20ferro_P.pdf. Acesso em: 24 fev. 2021.

CHAVES, L. F. M. **Estudo da adição de resíduo proveniente da extração de minério de ferro em argilas do Rio Grande do Norte**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 170 f. Natal. 2009.

CHRISTOFOLETTI, S. R; MORENO. M. M. T. **Granulometria por difração a laser e sua relação com a faciologia das rochas argilosas da Formação Corumbataí-SP**. Cerâmica, vol. 63, 2017, p. 303–10.

CORNELL, R. M; SCHWERTMANN, U. **The Iron Oxides**. p.570, 1996.

CRUZ, L. **Deslizamento de terra em mina deixa vítimas e mobiliza bombeiros em Itabirito**. Estado de Minas, Belo Horizonte, 10 set. 2014. Disponível em: <http://www.em.com.br/app/noticia/gerais/2014/09/10/interna_gerais,567542/deslizamento-de-terra-em-mina-deixa-vitimas-e-mobiliza-bombeiros-emitabirito.shtml> Acesso em: 29 jan. 2022.

CULTRONE, G. E., SEBASTIAN, E., DELA TORRE, M. J. Mineralogical and physical behavior of solid bricks with additives. **Construction and Building Materials**, v. 19, p. 39-48, 2005.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura: aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. 60 p.

DINNEBIER, R. E. & BILLINGE, S. J. L. **Powder diffraction: theory and practice**. The Royal Society of Chemistry. Cambridge, UK.2008.

DUARTE, H. A. Iron - A strategic chemical element that permeates history, economy and society. *Química Nova*, São Paulo, v. 42, n. 10, p. 1146-1153, 14 fev. 2020.

ESTADO DE MINAS GERAIS. **Histórico do rompimento**. Minas Gerais, 2020.

ESTEVAM, M; APPOLONI, C. R. Uso Da Fluorescência De Raios X Portátil (XRF) In Vivo Como Técnica Alternativa Para Acompanhamento Dos Níveis De Ferro Em Pacientes Com Sobrecarga De Ferro. São Paulo: **Bras. Hematol. Hemoter**, v. 31, n. 3, 19 jun. 2009. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-84842009000300010&lng=pt&nrm=iso&tlng=pt. Acesso em: 15 fev. 2021.

FARIAS, C. E. G. **Mineração e meio ambiente no Brasil**. 2002.

FEAM, Fundação Estadual do Meio Ambiente. **Inventário de resíduos sólidos da mineração – Ano base 2017**. Belo Horizonte: FEAM, 2018. 47 p.

FONTES, W. C.; JANUZZI, R. V.; BORGES, R. A.; CURY, A. A.; PEIXOTO, R. A. F. **Resíduo da mineração de ferro como matéria-prima alternativa no desenvolvimento de argamassas de revestimento e assentamento**. In: Anais do 56º Congresso Brasileiro Do Concreto - CBC2014 – 56C C. 2014.

FRANÇA, P. **Projetos de Disposição de Rejeitos na Vale: diversidade de soluções, riscos e desafios**. In 13º Congresso Brasileiro de Mineração, Belo Horizonte, 2009.

FRANÇA, S. C. A.; COUTO, H. J. B.. **Análise microgranulométrica - Malvern e Sedigraph**. IN: Tratamento de Minérios: práticas laboratoriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2007. p. 101-122.

GOBBO, L. A. **Aplicação da Difração de Raios X e Método de Rietveld no Estudo de Cimento Portland**. 2009. Tese (Doutorado em Recursos Minerais e Hidrogeologia), Universidade de São Paulo, São Paulo.

GOMES, A. C. F. **Estudo de aproveitamento de rejeito de mineração**. 2017. 98 f. Dissertação (Doutorado) - Curso de Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017.

GOMES, C. B. **Estudo da reutilização do rejeito de minério de ferro para produção de adoquim**. 2016. 72 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), Belo Horizonte, 2016.

GOMES, C.M; REIS, J. P; LUIZ, J. F; OLIVEIRA, A. P. N; HOTZA, D. **Deflocculation of triaxial ceramic suspensions using a mixture design approach**. Cerâmica, 2005, 51, 336-342.

GOMES, G. da S; SOUSA, D. J. L. de; VALE, S. B do; PAIVA, R. S. de; SANTOS, D. R; SARAIVA, W. G. **Caracterização química e mineralógica do material argiloso do polo artesanal de Icoaraci, Belém – PA**. In: XXVIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa Belo Horizonte, 2019.

GOMES, M. A. **Caracterização tecnológica no aproveitamento do resíduo de minério de ferro**. 2009. 77 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mineral, Departamento de Engenharia de Minas, Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2009.

GOMES, M. A.; PEREIRA, C. Al; PERES, A. E. C. **Caracterização tecnológica de rejeito de minério de ferro**. Rem: Rev. Esc. Minas [online]. vol. 64. n.2. 233-236 p. 2011.

GUIMARÃES, N. C. **Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando a sua disposição em pilhas**. 2011. 129 f. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, 2011.

HICKEL, G. C; ROSA, R de S; CORREIA, V. L; SCHUCH, F. S.; OLIVEIRA, A. L. de H. **Análise dos finos do solo: caracterização e análise das partículas sólidas - Comparação entre método da sedimentação e utilização de analisador de partículas.** 6º Simpósio de Integração Científica e Tecnológica do Sul Catarinense, Criciúma, p. 728-735, 2017.

HINRICHS, R; VASCONCELLOS, M. A. Z. **Técnicas instrumentais não destrutivas aplicadas a gemas do RS: microscopia eletrônica de varredura (MEV) em baixo vácuo.** Porto Alegre: 2014. 204 p.

IBAMA. **Rompimento da Barragem de Fundão: Documentos relacionados ao desastre da Samarco em Mariana/MG.** Brasília. 2020.

IBRAM. Instituto Brasileiro de Mineração. **Setor Mineral: 2º trimestre 2020.** 2º trimestre 2020. Disponível em: <http://portaldaminerao.com.br/wp-content/uploads/2020/07/PPT-FINAL-COMPLETO-SITE-E-PORTAL.pdf>. Acesso em: 24 fev. 2021.

IBRAM, Instituto Brasileiro de Mineração. **Relatório Mineração.** Brasília: IBRAM, 2020.

IBRAM, Instituto Brasileiro de Mineração. **Notícias.** Brasília: IBRAM, 2021.

ICDD **International Center for Diffraction Data, Powder Diffraction File,** Alphabetical Indexes. p. 1-52, Pensilvânia. 2003.

KLAUSS, P. **Estudo da Obtenção de imagens no microscópio eletrônico de varredura e espectros na microanálise por energia dispersiva.** 2003. 26 f. TCC (Graduação) - Curso de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.

LARSON, A.C.; VON DREELE, R.B. **General structure analysis system (GSAS).** Los Alamos National Laboratory Report LAUR, p. 86-748, 2001.

LIMA, R. M. F.; LUZ, J. A. M. da. **Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes.** Revista Escola de Minas, Ouro Preto, v. 2, n. 54, jun. 2001.

LIPHADZI, S. M.; VERMAAK, A. P. **Assessment of employees' perceptions of approaches to sustainable water management by coal and iron ore mining companies.** Journal of Cleaner Production – Elsevier, v. 153, p. 608-625, jun. 2017

LUZ, A. B. da; LINS, F. A. F. **Introdução ao Tratamento de Minérios.** 6. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018.

MALVERN, Instruments Limited, A Basic Guide to Particle Characterization. 2015.

MCCUSKER, LB, VON DREELE, RB, COX, DE, LOUER, D., SCARDI, P. Diretrizes de refinamento de Rietveld. **Jornal de Cristalografia Aplicada,** v. 32, pág. 36-50, 1999.

MENDES, B. C. **Reaproveitamento do rejeito de minério de ferro, liberado no desastre envolvendo o rompimento da barragem de fundão (MG), na produção de blocos cerâmicos.** 2019. 76f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Viçosa, 2019.

MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. **O estado da arte sobre o uso de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas.** Campina Grande: Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v.6, n°.2, p.303-313. 2002.

MILANEZ, B.; LOSEKANN, C. (Organizadores). **Desastre no Vale do Rio Doce: antecedentes, impactos e ações sobre a destruição.** Rio de Janeiro: Folio Digital, Letra e Imagem, 2016.

MOTTA, P. E. F.; CARVALHO FILHO, A.; KER, J. C.; PEREIRA, N. R. **Relações solo-superfície e evolução da paisagem em uma área do planalto central brasileiro.** Pesquisa Agropecuária Brasileira, v. 37, p. 869-878, 2002.

NEUMANN, R. *et al.* **Tratamento de Minérios:** caracterização tecnológica de minérios parte II. 2010. 54 f. Rio de Janeiro, 2010.

NOCITI, D. M.. **Aproveitamento de rejeitos oriundos da extração de minério de ferro na fabricação de cerâmicas vermelhas.** 2011. 110 f. Dissertação (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica na Área de Materiais, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

OLIVEIRA, P. S. de. **Rotas para recuperação de ferro fino contido no underflow do espessador de lama da usina de Conceição.** 2006.128 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

PAIVA, P. R. P. de *et al.* **Evaluation of the rietveld method for the mineralogical characterization of airborne dust in a mining area.** Mining Mineração. p 329-334, 2019.

PAIVA, P. R. P. **Caracterização química e mineralógica de resíduos de minério de ferro utilizando o método Rietveld.** XXVI Encontro Nacional de Tratamentos de Minério e Metalurgia Extrativa, Poços de Caldas, 2015.

PAL, A.; SAMANTA, A. N.; RAY, S. **Treatment of iron ore slime for value addition.** Hydrometallurgy – ELSEVIER, v. 105, p. 30-35, dez. 2010.

PANDOLFELLI, V. C., OLIVEIRA, R., STUDART, A. R., Pileggi, R. G., **Dispersão e Empacotamento de Partículas,** Fazenda Arte Editorial, S. Paulo, 2000, p. 29.

PEIXOTO, R. F.; BATISTA, J. O. dos S.; COSTA, E. C. P.; SANTOS, D. H. FILHO, J. N. de S.; BASTOS, L. A. de C.; FONTES, W. C.; MENDES, J. C. **Utilização de rejeito de barragem de minério de ferro na construção civil.** 2016. Relatório de Pesquisa, Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, 2016.

PIACENTINI, P.. Existe alternativa para o uso dos rejeitos de mineração? **Ciência e Cultura,** São Paulo, v. 71, n. 2, p. 9-12, abr. 2019.

PINHEIRO, P. O. *et al.* **Proposta de utilização do granulômetro a laser para a determinação da distribuição granulométrica de rejeitos finos de mineração.** In: XIX Congresso Brasileiro de Mecânica dos Solos e Engenharia Geotécnica, Salvador, 2018.

PIRES, P. F. **Engenharia e Geotecnia: princípios fundamentais.** 3. ed. Piracanjuba: Conhecimento Livre, 2020. 459 p.

PORTES, A. M. C. **Avaliação da disposição de rejeitos de minério de ferro nas consistências polpa e torta**. 2013. Dissertação (Mestrado) – Curso de Mestrado em Geotecnia e Transportes, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013. 180 p.

QUEIROZ, L. de A. **Emprego da atrição na deslamagem: efeitos na flotação reversa de minérios itabiríticos**. 2003. 165f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2003.

QUEIROZ, A. *et al.* **Difração de Raios-X**. Universidade de São Paulo, São Carlos.

ROCHA, J. M. P. **Caracterização de Minérios Goethíticos-limoníticos da Mina de Alegria, MG**. 1997. 257 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1997.

SANTOS, C. M. F. dos. **Quantificação de fases argilominerais em matérias-primas cerâmicas pelo método de Rietveld**. 2013. 152 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

SANTOS, C. de O. P.. **Aplicações do método de Rietveld e potencialidades do método de Scarlett-Madsen**. [S. I.]. 2009. 39 p.

SANTOS, D. A., et al. **Técnicas para a disposição de rejeitos de minério de ferro**. Universidade Federal de Ouro Preto, 2012.

SAMPAIO, J. M.. **Avaliação da influência de álcool polivinílico (PVA) em massas cerâmicas compostas por rejeito de minério de ferro, feldspato e argila**. 2017. 68 f. Trabalho de conclusão de curso (Graduação)- Curso de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), Belo Horizonte, 2017.

SCAPIN, M. A. **Aplicação da Difração e Fluorescência de Raios X (WDXRF): Ensaio em Argilominerais**. Dissertação (Mestrado) - São Paulo, 2013.

SILVA, C. B. da; PAIVA, P. R. P. de. **Artificial stone production using iron ore tailing (IOT)**. *Cerâmicas*, Belo Horizonte, v. 66, n. 378, p. 164-171, abr. 2020.

SILVA, C. B. da. **Produção de rocha artificial utilizando resíduo proveniente do processamento de minério de ferro**. 2020. 105 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2020.

SILVA, G.R.R., *et al.* **Caracterização e aproveitamento de rejeitos do Quadrilátero Ferrífero**. ABM week – 4ª edição, 2018.

SILVEIRA, M. D.. **Utilização de resíduos de mineração na construção civil**. 2015. 29 f. Monografia (Especialização) - Curso de Curso de Especialização em Construção Civil, Escola de Engenharia da Ufmg, Belo Horizonte.

SOARES, L; SAMPAIO, J. A; FRANÇA, S. C. A.. **Tratamento de Minérios**. 5. ed. Rio de Janeiro, p. 831-896, 2010.

SOUZA, J. P. **Impactos ambientais causados por mineração**. In: Revista Espaço Sophia. n. 08. Ano I. 2007.

SOUZA, R. E. de. **Utilização de resíduo de mineração para obtenção de madeira plástica**. 2013. 62 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2013.

TALDEN, F. **Política Nacional de Segurança de Barragens**. Consultor Jurídico, <https://www.conjur.com.br/2019-fev-09/talden-farias-politica-nacional-seguranca-barragens>. Acesso em: 31 de jan. 2022.

TOBY, B. H. **EXPGUI, a graphical user interface for GSAS**. Journal of Applied Crystallography. V34, p.210-213. 2001.

UFOP, Universidade Federal de Ouro Preto. **Microscopia Eletrônica**. 2021. Disponível em: <https://lmic.degeo.ufop.br/microscopia-eletr%C3%B4nica>. Acesso em: 17 fev. 2021.

VALE. **O que são barragens**. Disponível em: http://www.vale.com/brasil/PT/aboutvale/servicosparacomunidade/minasgerais/atualizacoes_brumadinho/Documents/PT/entenda-as-barragens-da-vale-pt.html. Acesso em: 30 mar. 2021.

WEIDLER, P. G.; LUSTER, J.; SCHNEIDER, H; GEHRING, A. U. **The Rietveld method applied to the quantitative mineralogical and chemical analysis of a ferralitic soil**. European Journal of Soil Science, v. 49, n. 49, p. 95-105, 1998.

WOLFF, A. P.; COSTA, G. M. **Characterization of ultrafines tailings of iron ores**. In: 2nd International Symposium on Iron Ore, 2008, São Luís – MA. 2nd International Symposium on Iron Ore., 2008.

YANG, C.; CUI, C.; QIN, J.; CUI, X. **Characteristics of the fired bricks with low-silicon iron tailings**. Construction and Building Materials, v. 70, p. 36-42, 2014.

YOUNG, R. A. **The Rietveld method**. New York: Oxford University Press, 1993. 298 p.