CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS



Dissertação de Mestrado

RAFAEL BRUNO DA CUNHA FONSECA

SÍNTESE DE MULITA A PARTIR DE RESÍDUOS DE MINERAÇÃO DE FERRO PARA PRODUÇÃO DE CERÂMICAS REFRATÁRIAS

Belo Horizonte

2025

RAFAEL BRUNO DA CUNHA FONSECA

SÍNTESE DE MULITA A PARTIR DE RESÍDUOS DE MINERAÇÃO DE FERRO PARA PRODUÇÃO DE CERÂMICAS REFRATÁRIAS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva

Belo Horizonte

2025

Fonseca, Rafael Bruno da Cunha.
F676s Síntese de mulita a partir de resíduos de mineração de ferro para produção de cerâmicas refratárias / Rafael Bruno da Cunha Fonseca. – 2025.
92 f. : il.
Orientador: Paulo Renato Perdigão de Paiva.

Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2025.
Bibliografia.

1. Mulita. 2. Resíduos. 3. Sementes. 4. Reciclagem. 5. Sinterização. I. Paiva, Paulo Renato Perdigão de. II. Título.

CDD: 620.143

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca - *campus* Nova Suíça - CEFET-MG
Bibliotecária: Rosiane Maria Oliveira Gonçalves - CRB6-2660

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
COORDENAÇÃO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS - NS

ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO Nº 6 / 2025 - POSMAT (11.52.07)

Nº do Protocolo: 23062.021042/2025-11

Belo Horizonte-MG, 22 de abril de 2025.

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

SÍNTESE DE MULITA A PARTIR DE RESÍDUOS DE MINERAÇÃO DE FERRO PARA APLICAÇÃO NA PRODUÇÃO DE CERÂMICAS REFRATÁRIAS

Autor: Rafael Bruno da Cunha Fonseca

Orientador: Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou em 22 de abril de 2025 esta Dissertação:

Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva (ORIENTADOR)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof.ª Dr.ª Angela de Mello Ferreira (EXAMINADORA INTERNA)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof.ª Dr.ª Gabriela Cordeiro Silva (EXAMINADORA EXTERNA)
Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG

Prof. Dr. Luiz Cláudio Monteiro Montenegro (EXAMINADOR EXTERNO)
Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG

(Assinado digitalmente em 24/04/2025 08:43)
ANGELA DE MELLO FERREIRA
PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR
DEQUI (11.55.09)
Matrícula: 2118374

(Assinado digitalmente em 25/04/2025 08:54)
PAULO RENATO PERDIGÃO DE PAIVA
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO
DEMAT (11.55.06)
Matrícula: 2112363

(Assinado digitalmente em 23/04/2025 16:13)
LUIZ CLAUDIO MONTEIRO MONTENEGRO
ASSINANTE EXTERNO
CPF: ###.###.286-##

(Assinado digitalmente em 22/04/2025 17:28)
GABRIELA CORDEIRO SILVA
ASSINANTE EXTERNO
CPF: ###.###.426-##

Visualize o documento original em **https://sig.cefetmg.br/public/documentos/index.jsp** informando seu número: **6**, ano: **2025**, tipo: **ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO**, data de emissão: **22/04/2025** e o código de verificação: **c46f4f76d9**

Dedico este trabalho a todas as pessoas, sem exceção.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva, por toda a orientação e auxílio ao longo de todas as etapas desta pesquisa.

Ao Prof. Luiz Cláudio Montenegro, ao Alberto Lúcio Afonso e sua filha Rafaela Afonso, do laboratório de tratamento de minérios do Departamento de Minas da UFMG, por todo o auxílio nas etapas iniciais da pesquisa e, principalmente, por todo o apoio e hospitalidade durante o período em que permaneci neste laboratório.

À Denise das Mercês Camarano, pela realização das análises térmicas e por todo o auxílio, disponibilidade e solicitude.

À Emilly Valentine, pelo entusiasmo, sugestões e colaboração ativa com a pesquisa.

À Maria Clara Prates de Abreu, por todo o apoio e incentivo durante a realização desta pesquisa e em tantos outros aspectos da minha vida.

Aos professores e técnicos do Departamento de Materiais do CEFET-MG, pelo auxílio e apoio prestados.

E, por fim, a todos os meus amigos, que me acompanharam durante esse período e contribuíram para torná-lo mais leve e divertido.

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

“O conhecimento deve pertencer a todas as pessoas.” (ELBAKYAN, 2020)

RESUMO

A extração de minério de ferro gera grandes volumes de resíduos, os quais têm impactos socioambientais significativos. Uma forma de mitigar esses impactos é a reutilização desses materiais no desenvolvimento de novos produtos de interesse tecnológico. Dentre eles, destaca-se a mulita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), um aluminossilicato com excelentes propriedades mecânicas e térmicas, utilizado em diversas aplicações refratárias. Sendo assim, este estudo propõe avaliar a produção de peças cerâmicas contendo mulita, utilizando dois resíduos da mineração de ferro distintos como parte da matéria-prima. Os resíduos foram beneficiados por meio dos processos de deslamagem e separação magnética. Vale ressaltar que também foram utilizadas amostras dos resíduos sem beneficiamento, com o objetivo de avaliar os impactos das impurezas presentes nesse tipo de material. Peças foram confeccionadas a partir das matérias-primas obtidas e sinterizadas a temperaturas de 1200 °C, 1300 °C e 1400 °C. Também foi avaliado o efeito catalítico da adição de 5% em massa de sementes de mulita na síntese, por meio do refinamento de Rietveld. Foram realizados ensaios de densidade, resistência à flexão e difusividade térmica. Em geral, foi possível formar a fase mulita com a utilização de todas as matérias-primas e os resultados mostraram que seu teor aumentou consideravelmente com o uso das sementes, chegando a ser até 733% superior em comparação à referência, obtida sem incorporação de resíduos. Além disso, a utilização dos resíduos, em geral, não resultou em redução significativa das propriedades mecânicas ou da difusividade térmica, sendo que a presença de microclina ($KAlSi_3O_8$) contribuiu para um aumento considerável no desempenho mecânico das peças.

Palavras-chave: Mulita. Resíduo. Sementes. Reciclagem. Sinterização.

SYNTHESIS OF MULITE FROM IRON MINING WASTE FOR PRODUCTION OF REFRACTORY CERAMICS

ABSTRACT

Iron ore extraction generates large volumes of waste, which have significant socio-environmental impacts. One way to mitigate these impacts is by reusing these materials in the development of new products of technological interest. Among these, mullite ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), an aluminosilicate with excellent mechanical and thermal properties, stands out due to its use in various refractory applications. Therefore, this study aims to evaluate the production of ceramic pieces containing mullite, using two different iron ore wastes as part of the raw material. The waste was processed through desliming and magnetic separation. It is worth noting that a sample of unprocessed waste was also used, in order to assess the impact of impurities inherent to this type of material. Ceramic pieces were produced from the resulting raw materials and sintered at temperatures of 1200 °C, 1300 °C, and 1400 °C. The catalytic effect of adding 5 wt% of mullite seeds in the synthesis was also evaluated through Rietveld refinement. Tests of density, flexural strength, and thermal diffusivity were carried out. Overall, the mullite phase was successfully formed using all raw materials and the results showed that mullite content increased considerably with the use of seeds, reaching values up to 733% higher compared to the reference, obtained without incorporation of waste. Moreover, the use of the wastes, in general, did not significantly reduce mechanical properties or thermal diffusivity, with the presence of microcline ($KAlSi_3O_8$) contributing to a considerable improvement in the mechanical performance of the ceramic pieces.

Keywords: Mullite. Waste. Seeds. Recycling. Sintering.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.1 – Fluxograma típico de tratamento de minério. 18

Figura 3.2 – Reservas mundiais e nacionais de minério de ferro 19

Figura 3.3 – Cristais naturais de mulita 23

Figura 3.4 – Diagrama de fases do sistema SiO_2-Al_2O_3 25

Figura 3.5 – Processo de mulitização 27

Figura 3.6 – Conversão da sillimanita em mulita 29

Figura 3.7 – Diagrama do sistema $FeO{\cdot}Fe_2O_3$-SiO_2-Al_2O_3 em condições atmosféricas ... 33

Figura 4.1 – Fluxograma das etapas da pesquisa experimental 35

Figura 4.2 – Fluxograma das etapas de beneficiamento 38

Figura 5.1 – Difratogramas da alumina e da sílica comerciais 50

Figura 5.2 – Difratograma das sementes de mulita 51

Figura 5.3 – Formação de mulita 57

Figura 5.4 – Porosidade das amostras com resíduo A 58

Figura 5.5 – Porosidade das amostras com resíduo B 59

Figura 5.6 – Resistência e rigidez à flexão a 1200ºC 60

Figura 5.7 – Resistência e rigidez à flexão a 1300ºC 62

Figura 5.8 – Resistência e rigidez à flexão a 1400ºC 63

Figura A.1 – Distribuição granulométrica dos resíduos A e B 81

Figura A.2 – Distribuição granulométrica do quartzo e alumina comerciais 82

Figura A.3 – Distribuição granulométrica das sementes de mulita 82

Figura B.1 – Difratogramas do resíduo A em suas etapas de beneficiamento 83

Figura B.2 – Difratogramas do resíduo B em suas etapas de beneficiamento 84

Figura C.1 – Amostras sinterizadas sem uso de sementes a 1200ºC 85

Figura C.2 – Amostras sinterizadas com uso de sementes a 1200ºC 86

Figura C.3 – Amostras sinterizadas sem uso de sementes a 1300ºC 87

Figura C.4 – Amostras sinterizadas com uso de sementes a 1300ºC 88

Figura C.5 – Amostras sinterizadas sem uso de sementes a 1400ºC.....89

Figura C.6 – Amostras sinterizadas com uso de sementes a 1400ºC 90

Quadro D.1 – Densidade bulk, teórica e porosidade dos corpos de prova a 1200ºC.....91

Quadro D.2 – Densidade bulk e porosidade dos corpos de prova a 1300ºC 92

Quadro D.3 – Densidade bulk e porosidade dos corpos de prova a 1400ºC 93

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Tabela 3.1 – Dados sobre a mineração de ferro em Minas Gerais - 2021 19

Tabela 4.1 – Composição dos corpos de prova sinterizados 41

Tabela 5.1 – Granulometria dos resíduos após a moagem 46

Tabela 5.2 – Massas após a separação magnética 47

Tabela 5.3 – Composição de fases dos resíduos em suas etapas de beneficiamento 48

Tabela 5.4 – Composição de óxidos dos resíduos 49

Tabela 5.5 – Granulometria das matérias-primas 51

Tabela 5.6 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo A a 1200ºC 52

Tabela 5.7 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo B a 1200ºC 53

Tabela 5.8 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo A a 1300ºC 54

Tabela 5.9 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo B a 1300ºC 54

Tabela 5.10 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo A a 1400ºC 55

Tabela 5.11 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo B a 1400ºC 56

Tabela 5.12 – Ajuste dos dados experimentais aos modelos teóricos 63

Tabela 5.13 – Difusividade térmica das amostras sinterizadas a 1400ºC com sementes . 64

Quadro D.1 – Densidade bulk, teórica e porosidade dos corpos de prova a 1200ºC 91

Quadro D.2 – Densidade bulk e porosidade dos corpos de prova a 1300ºC 92

Quadro D.3 – Densidade bulk e porosidade dos corpos de prova a 1400ºC 93

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ALMG	Assembleia Legislativa de Minas Gerais
ANA	Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico
ANM	Agência Nacional de Mineração
CAPES	Portal de Periódicos da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CEFET-MG	Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais
CETEM	Centro de Tecnologia Mineral
DRX	Difração de Raios-X
DEMAT	Departamento de Materiais
FRX	Fluorescência de Raios-X
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier
IBICT	Instituto Brasileiro de Informação em Ciência e Tecnologia
ICDD	Centro Internacional de Dados de Difração
ICP-EOS	Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente
IPEA	Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
NBR	Norma Brasileira
IUPAC	União Internacional de Química Pura e Aplicada
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais
UFOP	Universidade Federal de Ouro Preto
USGS	Instituição de Pesquisa Geológica dos Estados Unidos

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 15

2 OBJETIVOS 16

2.1 Objetivo Geral 16

2.2 Objetivos Específicos 16

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 17

3.1 Resíduos da Mineração de Ferro 17

3.1.1 Minério de ferro 17

3.1.2 Problemas ecológicos decorrentes do descarte de resíduos 20

3.2 Mulita 22

3.2.1 Diagrama de fases do sistema SiO_2-Al_2O_3 24

3.2.2 Processo de mulitização 26

3.2.2.1 Cinética da mulitização 27

3.2.3 Estrutura cristalina e morfologia 28

3.2.4 Síntese de mulita a partir de precursores particulados 30

3.3 Síntese de Mulita a Partir de Resíduos da Mineração de Ferro 31

4 MATERIAIS E MÉTODOS 35

4.1 Processos de Beneficiamento 35

4.2 Análise Química e Mineralógica 38

4.3 Síntese das Sementes de Mulita 39

4.4 Síntese dos Corpos de Prova 39

4.5 Ensaio de Densidade e Porosidade 42

4.6 Ensaio de Flexão 43

4.7 Ensaio de Difusividade Térmica 44

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 46

5.1 Granulometria e Composição dos Resíduos 46

5.2 Quantificação das Fases do Resíduo por Refinamento Rietveld 47

5.3 Síntese e Caracterização das Sementes de Mulita 49

5.4 Produção e Análise dos Corpos de Prova 51

5.5 Ensaio de Densidade e Porosidade 57

5.6 Ensaio de Flexão 59

5.7 Ensaio de Difusividade Térmica 64

6 CONCLUSÃO 66

7 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 68

REFERÊNCIAS 69

APÊNDICE A – Distribuições granulométricas 81

APÊNDICE B – Difratogramas dos resíduos A e B em suas etapas de beneficiamento .. 83

APÊNDICE C – Difratogramas dos corpos de prova sinterizados 85

APÊNDICE D – Densidade bulk, teórica e porosidade dos corpos de prova 91

1 INTRODUÇÃO

O processo de extração e beneficiamento do minério de ferro gera uma grande quantidade de subprodutos, que são geralmente armazenados como uma polpa diluída em barragens de mineração (ANM, 2025). Reduzir a quantidade de resíduos acumulados e promover seu reaproveitamento é um tema de grande relevância científica e social. Uma das abordagens adotadas é o reaproveitamento desses resíduos para o desenvolvimento de novos materiais de interesse tecnológico (KHALIL; ALGAMAL, 2020). Dentre esses materiais, destacam-se as cerâmicas à base de mulita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), um aluminossilicato com excelentes propriedades mecânicas e térmicas.

O uso de resíduos da mineração de ferro como matéria-prima para a produção de mulita representa uma alternativa economicamente viável e ambientalmente sustentável para a fabricação de cerâmicas contendo mulita como fase predominante (CHOO *et al.*, 2019; KHALIL; ALGAMAL, 2020; ROMERO *et al.*, 2021). Essa abordagem não apenas proporciona economia de energia e matérias-primas (CHOO *et al.*, 2019), mas também contribui para a preservação dos recursos naturais e auxilia na mitigação dos impactos socioambientais decorrentes do acúmulo de rejeitos em barragens (ROMERO *et al.*, 2021).

Diante desse contexto, o presente estudo tem como objetivo avaliar a viabilidade da produção de mulita a partir de resíduos da mineração de ferro. Para isso, resíduos de duas diferentes barragens foram avaliados. Os resíduos foram beneficiados, visando reduzir a quantidade de impurezas por meio dos processos de deslamagem e separação magnética, e caracterizados quanto à sua granulometria, composição química e mineralógica em cada etapa de seu processamento. Em seguida, peças cerâmicas contendo esses resíduos como parte da matéria-prima foram produzidas, variando-se a temperatura de sinterização. Além disso, foi avaliado o uso de sementes de mulita como forma de catalisar a formação da fase. Por fim, a porcentagem de mulita formada nas peças foi determinada utilizando o método de refinamento de Rietveld, e ensaios físicos, mecânicos e térmicos foram realizados para avaliar as propriedades das peças produzidas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Avaliar a viabilidade da síntese de mulita a partir de resíduos de mineração de ferro, em função da temperatura de sinterização e adição de sementes de mulita.

2.2 Objetivos Específicos

- Beneficiar e caracterizar os resíduos da mineração de ferro.
- Produzir as sementes de mulita a partir de matérias-primas comerciais.
- Produzir corpos de prova cerâmicos (com e sem sementes) contendo resíduos em diferentes etapas de beneficiamento e variando a temperatura de sinterização.
- Quantificar a mulita formada via refinamento Rietveld.
- Avaliar as propriedades físicas, mecânicas e térmicas desses materiais para aplicações refratárias.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Resíduos da Mineração de Ferro

3.1.1 Minério de ferro

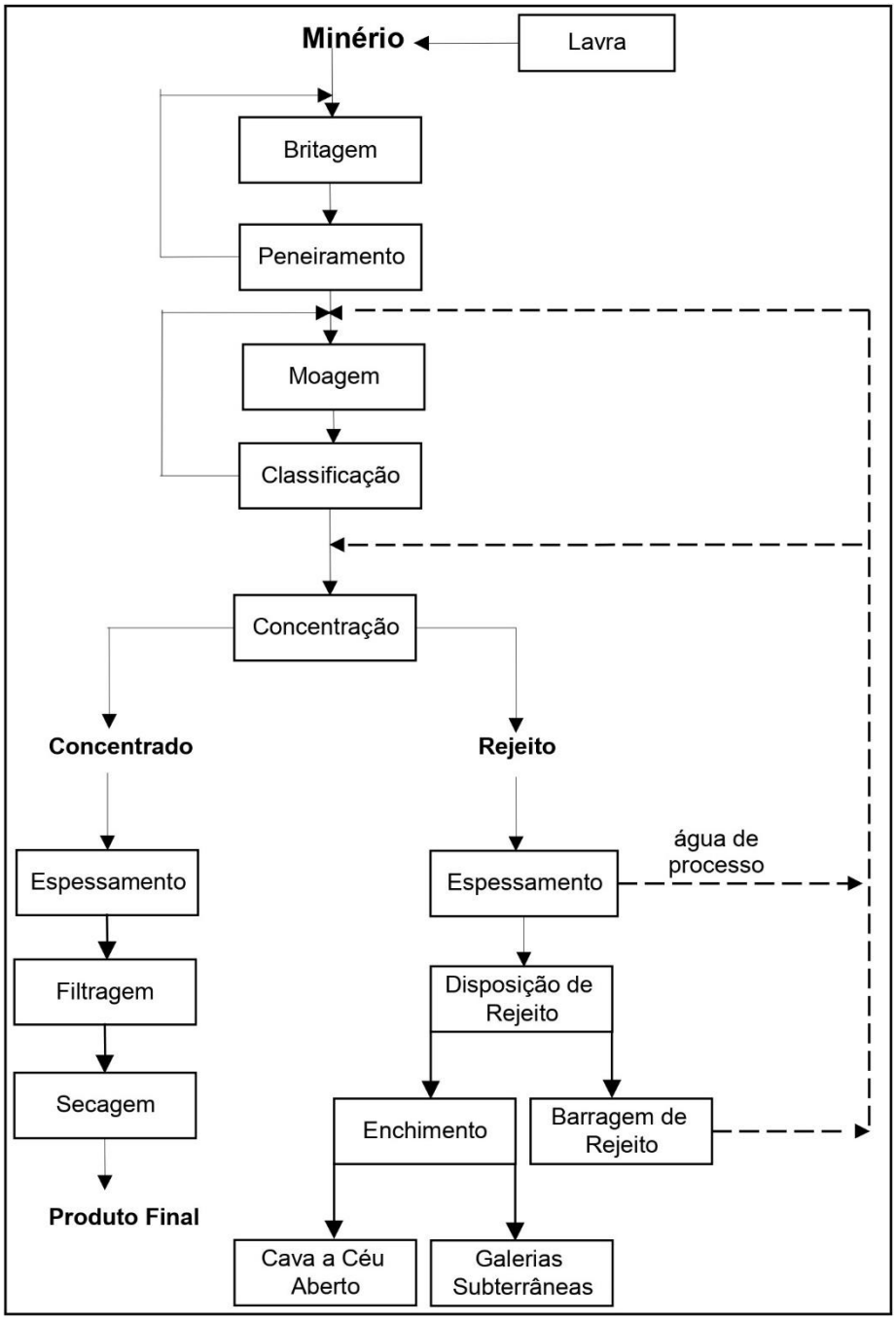
O minério de ferro é o recurso mineral mais explorado no mundo, atualmente com uma produção anual superior a 2 bilhões de toneladas e reservas estimadas entre 170 e 800 bilhões de toneladas (JESUS; JOAQUIM, 2018; USGS, 2023), sendo considerado a matéria-prima básica da siderurgia como principal componente na produção do aço (MOURÃO, 2022).

Após a extração do minério bruto da mina e seu desmonte em fragmentos que possibilitem o transporte, é necessário encaminhá-lo para operações de tratamento ou beneficiamento. Essas operações visam aumentar o teor de ferro presente, agregando valor e aumentando a qualidade do minério (WHITWORTH *et al.*, 2022). As etapas básicas desse processo são (BULAYANI *et al.*, 2024; LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010; MORAIS; ALBUQUERQUE; LADEIRA, 2014):

a) cominuição: utiliza-se principalmente britadores e moinhos, visando reduzir a granulometria do material e liberar o minério da ganga;
b) classificação: as partículas são classificadas conforme seu tamanho, utilizando peneiras e ciclones. Essa etapa pode se repetir diversas vezes ao longo de todo o processo;
c) concentração: envolve processos como gravimetria, separação magnética e flotação com o objetivo de aumentar o teor do minério de ferro, sendo a maioria dos processos de concentração realizada a úmido, pois proporciona maior eficiência na separação;
d) desaguamento e secagem: são as operações que visam a retirada da água do minério para se obter um produto com baixa umidade. As principais operações são: sedimentação, filtragem e espessamento.

Ao final do processo de beneficiamento, o minério concentrado é direcionado às etapas subsequentes da cadeia produtiva para a obtenção do produto final, enquanto o material não aproveitado é destinado ao armazenamento em barragens de contenção, cavas a céu aberto ou galerias subterrâneas (LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010). Um fluxograma típico de tratamento de minérios, com recirculação de água, está representado na Figura 3.1.

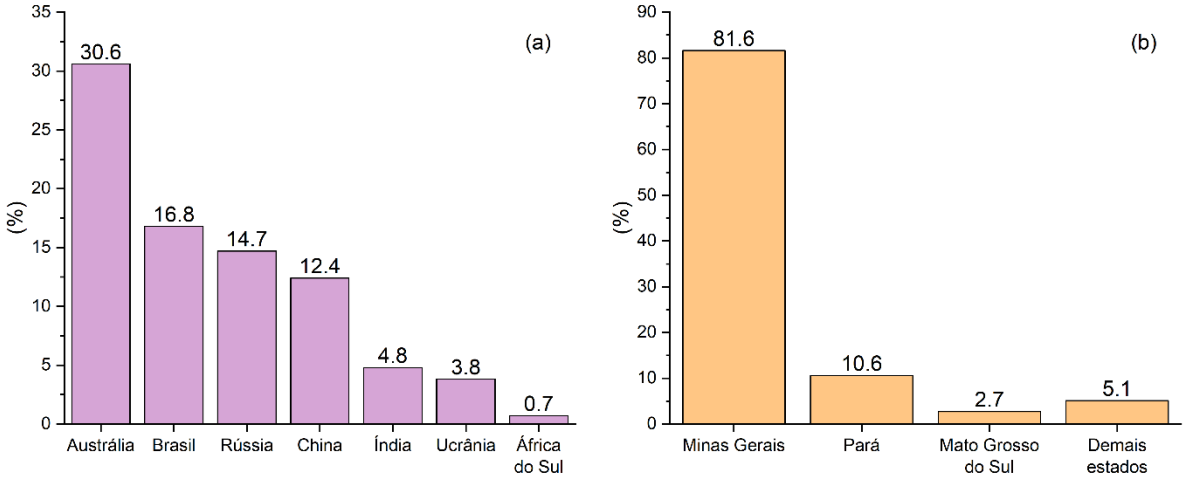
Figura 3.1 – Fluxograma típico de tratamento de minério.



Fonte: LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010.

O Brasil detém entre 12 e 20% das reservas mundiais de minério de ferro e é o segundo maior produtor mundial, correspondendo a cerca de 4% do Produto Interno Bruto brasileiro (FONTES *et al.*, 2019), sendo a China o principal destino das exportações segundo a Agência Nacional de Mineração (ANM, 2023). A Figura 3.2 apresenta as reservas minerais mundiais e nacionais de minério de ferro.

Figura 3.2 – Reservas mundiais e nacionais de minério de ferro



Fonte: Adaptado de MINAS GERAIS, 2020.

Minas Gerais contém a maior proporção de reservas de minério de ferro no país, com teor médio de 41,1% (JESUS; JOAQUIM, 2018; MINAS GERAIS, 2020). Dados sobre a mineração de ferro em Minas Gerais são apresentados na Tabela 3.1. Os dados são do último anuário publicado pela ANM até o ano de 2022 e, entre parênteses, está o teor médio de ferro obtido.

Tabela 3.1 – Dados sobre a mineração de ferro em Minas Gerais

Reservas lavráveis	22.867.702.728 toneladas
Produção Bruta	363.345.759 toneladas (48,89%)
Produção após beneficiamento	225.176.637 toneladas (61,92%)
Valor da produção comercializada	R$ 118.781.950.615

Fonte: Adaptado de ANM, 2022.

Minas Gerais conta com 55 lavras para extração de ferro. Dessas, 32 possuem uma produção bruta anual superior a 1.000.000 toneladas, 15 apresentam produção entre 100.000 e 1.000.000 t/ano, 3 estão na faixa de 10.000 a 100.000 t/ano, e 5 registram produção inferior a 10.000 t/ano (ANM, 2019).

3.1.2 Problemas ecológicos decorrentes do descarte de resíduos

O Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada (IPEA, 2012, p. 9) define rejeitos como "resíduos resultantes dos processos de beneficiamento a que são submetidas as substâncias minerais". Contudo, este trabalho adota a definição presente na Lei n.º 12.305, que institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos (BRASIL, 2010, p. 2), segundo a qual rejeitos são "resíduos sólidos que [...] não apresentem outra possibilidade que não a disposição final ambientalmente adequada". Nesse contexto, opta-se pelo termo "resíduo" em vez de "rejeito" para denominar os subprodutos resultantes dos processos de beneficiamento, considerando-o mais adequado.

O processo de extração do minério de ferro gera, como consequência inerente, grandes quantidades de resíduos (IPEA, 2012). A composição desses resíduos pode variar significativamente em função da mineralogia da região de origem (CARMIGNANO *et al.*, 2021; CECHIN *et al.*, 2022). Quimicamente, são constituídos majoritariamente pelos óxidos SiO_2 (24 a 63% em peso), Fe_3O_2 (32 a 72% em peso) e Al_2O_3 (1 a 18% em peso), além de CaO, MgO, K_2O, entre outros óxidos em menor proporção. Em termos mineralógicos, os principais minerais presentes são quartzo (SiO_2), hematita (Fe_2O_3), caulinita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) e goethita (FeO(OH)) (ROMERO *et al.*, 2021).

Estima-se que, para cada tonelada de minério de ferro processado, sejam produzidas cerca de 0,5 de resíduos (ODA *et al.*, 2024). Esses resíduos possuem alto teor de água e podem conter reagentes oriundos dos processos de flotação (CHÁCARA, 2020). Esse material, na forma de uma polpa diluída, é então bombeado para instalações de armazenamento, (ANDRADE, 2014; FONTES *et al.*, 2019; ROMERO *et al.*, 2021). Essas instalações podem ser barragens de mineração, minas subterrâneas, cavidades exauridas de minas, por empilhamento a seco, dentre outras.

A deposição dos resíduos em barragens de mineração é o método mais antigo, simples e econômico de disposição (KOSSOFF *et al.*, 2014; PEDROSA *et al.*, 2019). No Brasil, são produzidos diariamente cerca de 379.000 toneladas de resíduos da mineração de ferro, armazenados em 672 barragens, das quais 340 estão em Minas Gerais (FONTES *et al.*, 2019).

A simples presença física dessas barragens, como estruturas de grande extensão ao ar livre, promove danos consideráveis à saúde da população próxima e grande impacto socioambiental. Alguns dos principais danos são (CACCIUTTOLO; CANO; CUSTODIO,

2023; GARCIA *et al.*, 2024; GUIMARÃES *et al.*, 2022; MACÊDO *et al.*, 2024; ROSA; MAYORGA, 2022):

a) impactos na saúde humana;
b) impactos psicossociais;
c) geração de riscos e incômodos à população próxima;
d) impacto negativo na agricultura familiar;
e) alteração negativa da paisagem;
f) alteração da qualidade do ar;
g) assoreamento de cursos de água;
h) alteração na dinâmica de ecossistemas aquáticos;
i) alteração da dinâmica hídrica superficial e subterrânea;
j) alteração da qualidade da água superficial;
k) alterações populacionais da fauna;
l) afugentamento com perturbações da fauna;
m) perda de parcelas de áreas de preservação permanente;
n) perda de espécimes da flora;
o) alteração do metabolismo vegetal;
p) alteração das propriedades do solo;
q) fenômenos erosivos.

Esses danos ocorrem mesmo em cenários de estabilidade estrutural, evidenciando que o risco não se restringe a eventos catastróficos, mas deriva da própria logística de armazenamento em larga escala. Já o colapso de barragens representa a maior calamidade associadas à atividade minerária, tanto do ponto de vista humanitário quanto ambiental (CACCIUTTOLO; ATENCIO, 2023; WILSON, 2021).

Até o ano de 2008, foram registrados 77 rompimentos de barragens no Brasil, representando uma média de mais de três acidentes por ano (FONSECA, 2019; TECNOLÓGICA, 2015). Segundo o Relatório de Segurança de Barragens da Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico (ANA, 2022), apenas em 2021 foram registrados 13 acidentes e 37 incidentes envolvendo barragens em geral. Por fim, cabe ressaltar que a própria ANA reconhece haver acidentes não relatados, além da existência de barragens não informadas ao governo federal (FONSECA, 2019).

Minas Gerais experienciou três grandes acidentes recentes envolvendo o rompimento de barragens contendo resíduos de minério de ferro na última década (FUCHS, 2019). Em 2014,

o rompimento da barragem em Itabirito provocou a morte de três operários e deixou 300 residências sem fornecimento de água e energia elétrica, segundo o Centro de Tecnologia Mineral (CETEM, 2016). Em 2015, ocorreu o desastre ambiental no subdistrito de Bento Rodrigues em Mariana-MG, que resultou na morte de 19 pessoas e na liberação de 35 a 50 bilhões de litros de lama, afetando ecossistemas ao longo de 662 km a jusante das margens do Rio Doce, atingindo 41 cidades, três reservas indígenas e degradando 240,88 hectares de Mata Atlântica até alcançar o Oceano Atlântico (BRASIL, 2023). Em 2019, o rompimento da barragem da Mina Córrego do Feijão na cidade de Brumadinho causou o vazamento de 12 milhões de metros cúbicos de resíduos na bacia do Rio Paraopeba, atingindo o centro administrativo da mineradora, a comunidade Vila Ferteco e áreas rurais próximas, segundo o Instituto Brasileiro de Informação em Ciência e Tecnologia (IBICT, 2023), Esse desastre resultou na morte de 272 pessoas, segundo a Assembleia Legislativa de Minas Gerais (ALMG, 2023) e impactando diretamente a vida de 24 mil habitantes da região (IBICT, 2023).

Uma das estratégias adotadas para minimizar o volume de resíduos armazenado nas barragens é o seu reaproveitamento na produção de novos materiais de interesse tecnológico (FONTES *et al.*, 2019; GARCIA *et al.*, 2024; KHALIL; ALGAMAL, 2020). Diversos estudos têm explorado a incorporação desses resíduos como substitutos parciais de matérias-primas convencionais e agregados naturais para a produção de materiais aplicados na construção civil (FONTES *et al.*, 2019; ROMERO *et al.*, 2021). Dentre os materiais que podem ser produzidos utilizando o resíduo de minério de ferro como parte da matéria-prima, destacam-se os materiais cerâmicos à base de mulita, um aluminossilicato com excelentes propriedades mecânicas e térmicas.

3.2 Mulita

A mulita é uma das fases cerâmicas mais importantes tanto para as cerâmicas tradicionais quanto avançadas (LIMA *et al.*, 2022; ROY; DAS; ROUT, 2021).

O termo “mulita” tem sua origem etimológica associada ao local onde esse mineral foi identificado pela primeira vez, em 1924, na Ilha de Mull, na Escócia (ROMERO *et al.*, 2021; SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015). Inicialmente, ela foi observada na forma de minerais aciculares ricos em alumina (Al_2O_3), integrados a cristais de feldspato em contato com regiões de magma superaquecido. Além disso, esse mineral também foi descrito em rochas metamórficas formadas em condições de alta temperatura e baixa pressão (SCHNEIDER;

FISCHER; SCHREUER, 2015; SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008). Outra ocorrência natural da mulita, embora rara, ocorre em vidros de lechatelierite, uma forma amorfa de sílica gerada pelo impacto de raios e meteoritos sobre areias de quartzo, resultando em estruturas tubulares irregulares e ramificadas (MINDAT, 2025a). A Figura 3.3 apresenta cristais naturais de mulita aciculares.

Figura 3.3 – Cristais naturais de mulita



Fonte: MINDAT, 2025b.

A partir da década de 1970, iniciaram-se estudos para compreender melhor as potencialidades da mulita, impulsionados por resultados satisfatórios em ensaios de compressão mecânica em amostras livres ou quase livres de fase vítrea (ANGGONO, 2005). Desde então, avanços significativos nas pesquisas possibilitaram o uso desse material em uma ampla gama de aplicações, abrangendo uma grande variedade de formas e tamanhos, desde pequenos cristais únicos até enormes blocos refratários policristalinos em escala métrica (SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015).

A maioria dos produtos cerâmicos tradicionais contém pequenas quantidades de mulita, uma vez que são, geralmente, formados por aluminossilicatos (DUVAL; RISBUD; SHACKELFORD, 2008). Além disso, a mulita pode estar presente em utensílios de mesa, porcelanas e porcelanatos (LIMA *et al.*, 2022; SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008), dado que sua síntese pode ser realizada a partir de matérias-primas abundantes e de custo relativamente baixo (SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015).

Devido às suas propriedades refratárias, como alta resistência à fluência e à corrosão, estabilidade térmica, baixa condutividade térmica e excelente resistência ao choque térmico (HUANG *et al.*, 2000; LIMA *et al.*, 2022; ROMERO *et al.*, 2021; SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015), a mulita é amplamente utilizada nas indústrias metalúrgica e vidreira. Essas características a tornam especialmente adequada para aplicações que exigem alto desempenho em condições extremas. Suas possíveis aplicações incluem o uso como refratário em misturadores de metal quente, fornos de indução de baixa frequência, fabricação de esteiras, placas, potes e cadinhos para fornos, além de seu potencial uso em fornos de fusão de vidro e câmaras de trefilação (BERGERON; RISBUD, 1984; DUVAL; RISBUD; SHACKELFORD, 2008; LIMA *et al.*, 2022).

O desenvolvimento de cerâmicas avançadas ampliou ainda mais as possibilidades de aplicação da mulita em tecnologias de alta performance, permitindo seu uso tanto de forma isolada quanto em materiais compósitos (ROY; DAS; ROUT, 2021). Alguns exemplos de aplicações incluem seu uso como substrato para conversores catalíticos (PANDIARAJ *et al.*, 2019), em materiais compósitos para altas temperaturas (CAO *et al.*, 2024; KANKA; SCHNEIDER, 2000), sistemas de frenagem para veículos terrestres e aeronaves (PRABHU, 2016), substratos para dispositivos ópticos e eletrônicos (HYUN *et al.*, 2022), cerâmicas porosas de alta resistência (CHEN *et al.*, 2022), revestimentos protetores para ambientes agressivos em altas temperaturas (BELLIE; SURESH; RAGUNATH, 2020), componentes para motores de turbinas (GUO *et al.*, 2023), escudos térmicos para espaçonaves (HE; JIAO; ZHANG, 2025) e aplicações na indústria nuclear (KOČÍ *et al.*, 2024).

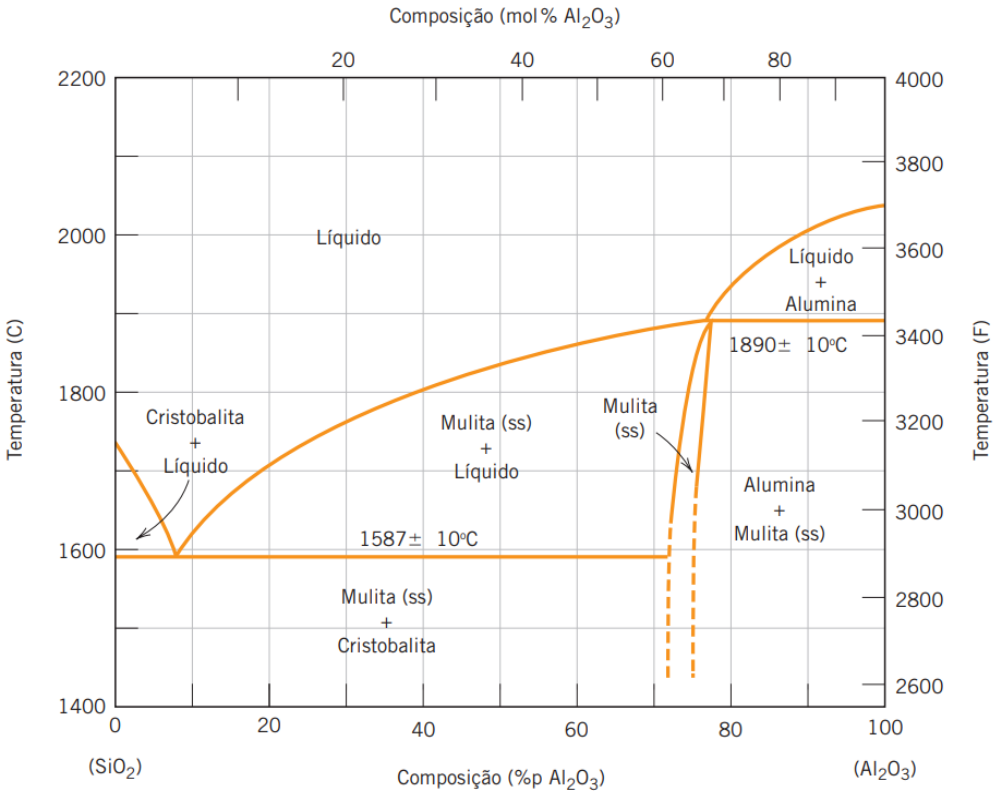
3.2.1 Diagrama de fases do sistema SiO_2-Al_2O_3

Os diagramas de fases são ferramentas fundamentais para compreender o comportamento de um sistema em condições de equilíbrio (CALLISTER; RETHWISCH, 2020), sendo requisito importante para a fabricação e aplicação técnica de compostos e estruturas cerâmicas à base de mulita (PASK; SCHNEIDER, 2006).

A Figura 3.4 apresenta o diagrama de fases do sistema sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3), no qual a mulita é a única fase cristalina estável à pressão atmosférica. Embora esse diagrama sugira que a mulita se torne estável apenas a partir de 1400 ºC, investigações sobre suas propriedades termodinâmicas, utilizando espectrometria de massa pelo método de efusão de Knudsen, indicam que a nucleação inicial da fase ocorre em torno de 839 °C ± 30,65 °C em

condições próximas ao equilíbrio termodinâmico (SHORNIKOV; ARCHAKOV; SHULTZ, 2003).

Figura 3.4 – Diagrama de fases do sistema SiO_2-Al_2O_3



Fonte: CALLISTER; RETHWISCH, 2016, p. 449.

A partir da análise do diagrama e da literatura consultada, destaca-se algumas observações sobre a fase mulita:

a) a faixa de equilíbrio da solução sólida de mulita estende-se de 71% a 74,0% em peso de Al_2O_3 (SCHNEIDER; SCHMÜKER; MACKENZIE, 2006);
b) seu elevado ponto de fusão a 1890 ± 10ºC confirma suas potencialidades para aplicações como material refratário;
c) a mulita funde-se incongruentemente, ou seja, ocorre uma mudança de composição entre as fases envolvidas (LIMA *et al.*, 2022; PASK; SCHNEIDER, 2006).

Diversos diagramas de fases do sistema SiO_2-Al_2O_3 são encontrados na literatura, apresentando pequenas variações nas curvas e, consequentemente, no intervalo de estabilidade da fase mulita, que varia entre 70,5% e 74,3% em peso de Al_2O_3 (CALLISTER; RETHWISCH, 2020; GONÇALVES *et al.*, 2009). Essas variações decorrem das diferenças nos procedimentos experimentais adotados para obtenção dos dados termodinâmicos, da matéria-prima utilizada e

da precisão do aparato experimental empregado na coleta de dados. Já a mulita disponível comercialmente geralmente consiste em 71% a 76% em peso de Al_2O_3, 23% a 24% em peso de SiO_2, além de pequenas quantidades de TiO_2, Fe_2O_3, CaO e MgO (ANGGONO, 2005).

3.2.2 Processo de mulitização

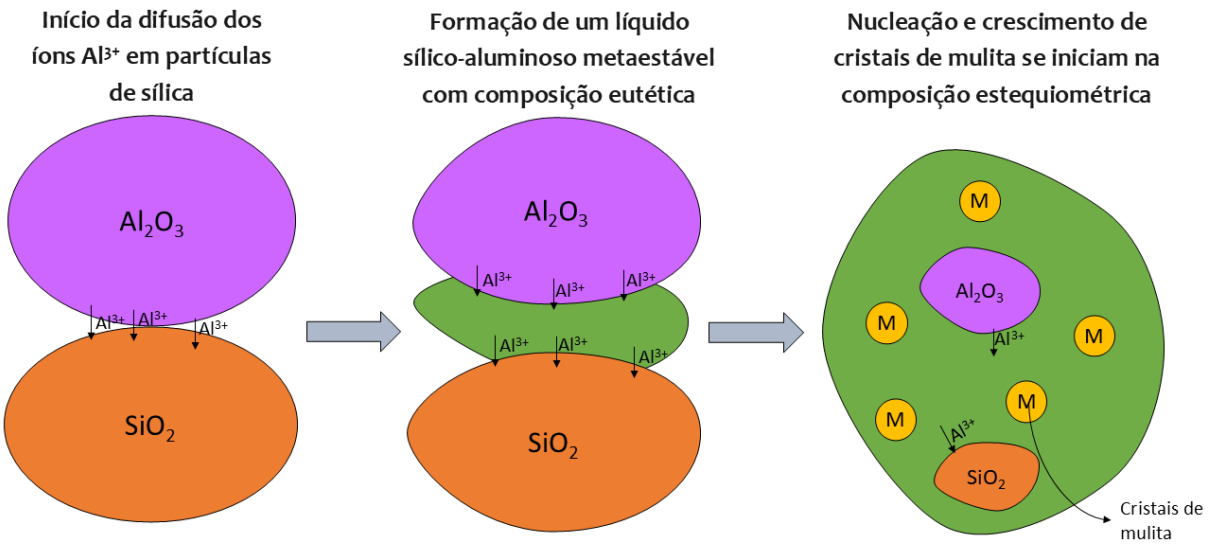
A reação de mulitização, ou seja, a formação da fase de mulita a partir de óxidos de alumínio e silício, ocorre por meio dos mecanismos de nucleação e crescimento de cristais, a fim de reduzir a energia livre disponível no sistema (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010; PASK; SCHNEIDER, 2006). À medida que a temperatura aumenta, os processos de difusão tornam-se mais evidentes, inicialmente nas interfaces das partículas (LIMA *et al.*, 2022; MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010).

A nucleação da fase de mulita é impulsionada principalmente pela solubilidade dos íons Al^{3+} na estrutura da sílica. Em contraste, a solubilidade da sílica na estrutura cristalina da alumina é insignificante em temperaturas abaixo do ponto de fusão da mulita, portanto, sua influência na reação é insignificante (PASK; SCHNEIDER, 2006).

Em temperaturas mais altas, em torno de 1200 a 1300 ºC (LIMA *et al.*, 2022), os íons Al^{3+} se difundem da alumina para partículas de sílica e formam um líquido silico-aluminoso metaestável com composição eutética (8% em peso de Al_2O_3 e 92% em peso de SiO_2) (LIMA *et al.*, 2022; MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010). Após a formação deste líquido, a cinética da reação é determinada pela taxa de dissolução da alumina no líquido metaestável (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010), que está entre 1200 e 1550 ºC (SACKS *et al.*, 1997). Eventualmente, a dissolução contínua da alumina no líquido continua até atingir a composição estequiométrica da mulita, $3Al_2O_3{\cdot}2SiO_2$, após o que começa a nucleação e o crescimento dos cristais de mulita (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010).

Em temperaturas acima de 1550 ºC, o processo de difusão de íons Al^{3+} em partículas de sílica volta a ser predominante, pois possibilita a eliminação de partículas de alumina presas em grandes grãos de mulita, o que requer interdifusão química em distâncias relativamente longas (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010; SACKS *et al.*, 1997). A Figura 3.5 apresenta uma representação simplificada do processo de mulitização.

Figura 3.5 – Processo de mulitização



Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Deve-se notar que o mecanismo de mulitização descrito considera inevitavelmente um modelo simplificado, de modo que as reações intermediárias que podem ocorrer durante o aquecimento não são representadas (LIMA *et al.*, 2022), nem os efeitos da morfologia dos pós cerâmicos e quaisquer impurezas presentes, que em uma situação real podem fazer com que a temperatura de mulitização se desvie em até centenas de graus, dependendo das condições de síntese utilizadas (ANGGONO, 2005).

3.2.2.1 Cinética da mulitização

O tempo necessário para a formação da mulita, ou seja, a cinética da reação, deve ser considerado, tendo em vista que a termodinâmica, apesar de determinar as condições de equilíbrio dos sistemas, não considera o tempo, variável de fundamental importância prática.

Embora a formação da mulita a partir do SiO_2 e Al_2O_3 seja termodinamicamente possível em temperaturas abaixo de 1200 ºC (LIMA *et al.*, 2022; SHORNIKOV; ARCHAKOV; SHULTZ, 2003), a baixa difusividade dos íons Al^{+3} na estrutura da sílica limita sua formação a pequenas quantidades. Além disso, a formação da fase cristobalita (SiO_2) a partir da sílica não convertida em mulita pode comprometer a estabilidade mecânica da peça final. Em temperaturas mais elevadas, os íons de silício previamente precipitados na forma de cristobalita podem ser redissolvidos, favorecendo a formação da mulita (ANGGONO, 2005; LIMA *et al.*, 2022; MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010).

O desenvolvimento do diagrama de transformação, tempo e temperatura (curvas TTT) para a nucleação da cristobalita a partir de uma mistura de caulinita ($2SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2H_2O$) e α-alumina mostra, qualitativamente para os interesses deste trabalho, que a formação da cristobalita pode ser evitada aumentando a taxa de aquecimento. Dessa forma, a elevação rápida da temperatura da mistura homogênea de SiO_2 e Al_2O_3 na proporção estequiométrica até valores superiores a 1500 ºC, representa a condição mais adequada para a obtenção de mulita em grandes quantidades, minimizando ou eliminando a formação de cristobalita (LIU *et al.*, 1994).

No entanto, a aplicação de temperaturas elevadas e altas taxas de aquecimento pode resultar em um elevado consumo de energia e comprometer a estrutura dos fornos devido à fadiga térmica (PIEKARSKI, 2010). Sendo assim, alternativas para reduzir a temperatura de formação da mulita e minimizar a formação de cristobalita são exploradas na literatura.

Uma dessas alternativas consiste na adição de sementes de mulita, que são partículas previamente produzidas com a finalidade de realizar uma nucleação heterogênea na sua superfície, eliminando a necessidade de saturação do líquido metaestável e acelerando a reação geral de formação da mulita (BROPHY; ROSE; WULFF, 1972; CHEN *et al.*, 2005; WU *et al.*, 2021).

3.2.3 Estrutura cristalina e morfologia

A mulita pertence à série composicional dos aluminossilicatos ortorrômbicos, caracterizados por três eixos cristalográficos perpendiculares entre si e de comprimentos distintos. As dimensões da célula unitária da mulita estequiométrica são: a = 0,7540 nm, b = 0,7680 nm e c = 0,2885 nm (MINDAT, 2025b). Sua composição geral é expressa pela Equação (3.1).

$$Al_{(4+2x)}Si_{(2-2x)}O_{(10-x)} \tag{3.1}$$

Onde x representa a proporção de vacâncias de oxigênio por unidade de célula (GONÇALVES *et al.*, 2009; LIMA *et al.*, 2022; SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015; SCHNEIDER; SCHMÜKER; MACKENZIE, 2006; SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008). No entanto, estudos sobre os processos de difusão durante a nucleação da mulita indicam que a Equação (3.2) fornece uma descrição mais precisa da sua composição química (HOLM, 2002).

$$Al^{VI}_{\left(\frac{4}{3}+\frac{14}{3}x\right)}\left[Al^{IV}_{\frac{8}{3}}\ Si_2\right]_{(1-x)}\ O_{(10-x)}\square_x \qquad (3.2)$$

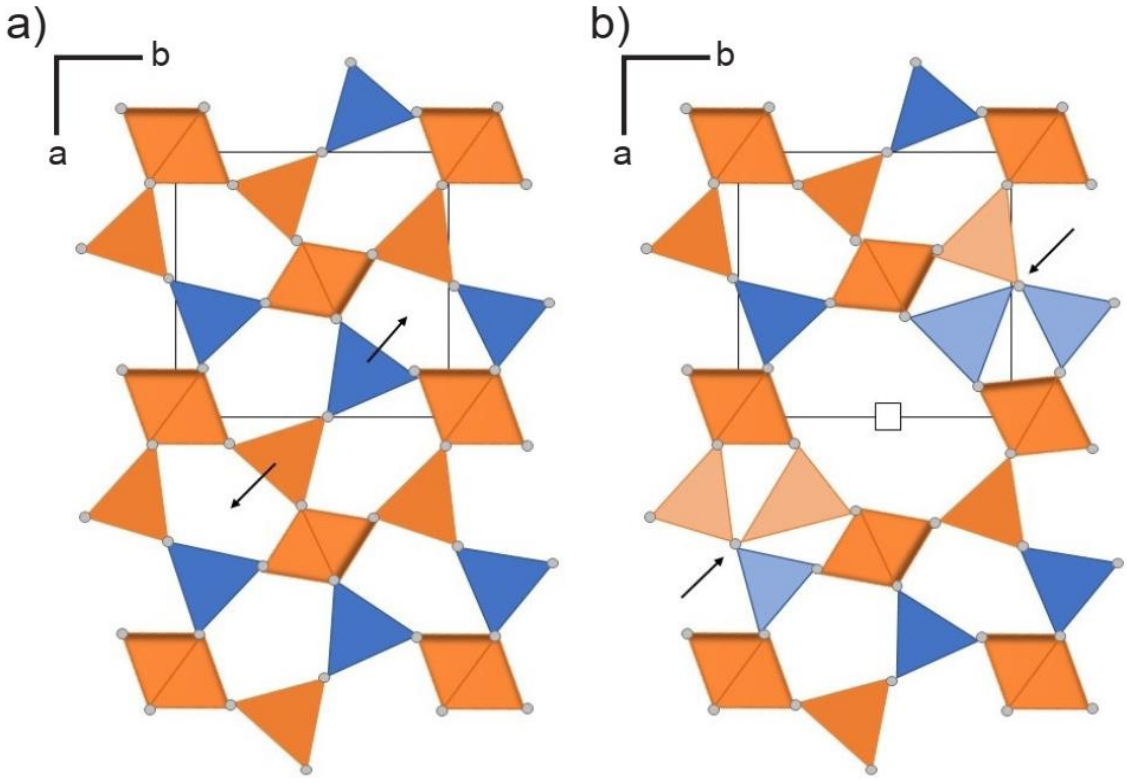
Os números sobrescritos IV e VI denotam, respectivamente, a coordenação tetraédrica e octaédrica na qual os átomos estão dispostos na estrutura e o símbolo □ representa as vacâncias de oxigênio. Os principais representantes desta série são: sillimanita (x = 0), um nesossilicato com a fórmula mínima Al_2SiO_5 (FRANK, 2020); mulita estequiométrica 3:2 (x = 0,25); mulita 2:1 (x = 0,40); e a fase ι-alumina (x = 1) (SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015).

A estrutura da mulita pode ser derivada da sillimanita por meio de uma substituição acoplada que ocorre em um tetraedro de SiO_4 (ANGGONO, 2005; GONÇALVES *et al.*, 2009; SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008), conforme representado na Equação (3.3).

$$2Si^{4+} + O^{2-} \rightarrow 2Al^{3+} + \text{vacância de oxigênio} \qquad (3.3)$$

A Figura 3.6 mostra uma representação esquemática da sillimanita e do mecanismo que resulta na estrutura da mulita. Na imagem, os tetraedros AlO_4 e octaedros AlO_6 estão representados em laranja, enquanto os tetraedros SiO_4 estão em azul.

Figura 3.6 – Conversão da sillimanita em mulita



Fonte: LIMA *et al.*, 2022.

Portanto, um modelo para representar a estrutura da mulita a partir da sillimanita consiste na substituição progressiva de íons Si^{4+} por íons Al^{3+} de modo que um íon O^{2-} seja removido para preservar a eletroneutralidade local da cerâmica (DUVAL; RISBUD; SHACKELFORD, 2008).

Com a remoção gradual de íons O^{2-} e a substituição de Si^{4+} por Al^{3+}, ocorre um rearranjo estrutural que resulta na formação de *triclusters*, ou seja, três tetraedros compartilhando o mesmo átomo de oxigênio (DUVAL; RISBUD; SHACKELFORD, 2008; LIMA *et al.*, 2022). Tem sido amplamente aceito que os *triclusters* são preferencialmente ocupados por íons de Al^{3+} (ANGGONO, 2005; SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008).

Na mulita estequiométrica possui cerca de 40% dos íons Al^{3+} em coordenação octaédrica, em torno de 50% distribuídos nas cadeias tetraédricas e cerca de 8% nos *triclusters*, demonstrando que a presença desses defeitos na estrutura em relação à sillimanita, é relativamente pequena (REHAK *et al.*, 1998).

A proporção máxima de vacâncias de oxigênio por unidade de célula (x) na estrutura da mulita, de forma que todos os *diclusters* tetraédricos sejam substituídos por *triclusters* tetraédricos é de 0,67 (SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015). Acima desse valor, o mecanismo de adição de íons Al^{3+} modifica drasticamente, tornando-se energeticamente instável e há poucos dados na literatura sobre a cristalografia dessa categoria de mulita. Da mesma forma, não há muitos relatos sobre estruturas intermediárias entre a sillimanita ($x = 0,00$) e a mulita 3:2 ($x = 0,25$), sendo essa uma questão ainda em debate (SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015).

No entanto, foi descrita uma fase mineral de ocorrência natural com composição intermediária entre a sillimanita e a mulita 3:2, que se acredita ter sido estabilizada por traços de íons Fe^{3+}. Essa fase foi provisoriamente designada como “sillimulita” (CAMERON, 1977).

3.2.4 Síntese de mulita a partir de precursores particulados

Diversos processos de síntese de mulita são descritos na literatura, utilizando diferentes precursores e visando aplicações diversas, tendo em vista que esse material, conforme mencionado anteriormente, raramente ocorre na natureza (ANGGONO, 2005). As principais rotas de síntese da mulita são (ANGGONO, 2005; GONÇALVES *et al.*, 2009; LIMA *et al.*, 2022; ROMERO *et al.*, 2021):

a) sinterização de precursores particulados, resultando na formação de mulita com a estequiometria 3:2;
b) fusão completa dos precursores e posterior cristalização, seja durante o resfriamento ou por meio do processo Czochralski para crescimento de monocristais, obtendo mulita com a proporção Al_2O_3/SiO_2 de 2:1;
c) processos químicos diversos, como as tecnologias de sol-gel, precipitação, hidrólise, pirólise ou técnicas de deposição química de vapor (CVD), que envolvem precursores orgânicos ou inorgânicos para a obtenção de mulita de alta pureza, com composição e propriedades variáveis, a depender dos materiais de partida, da técnica adotada e do tratamento térmico realizado.

A sinterização de precursores particulados é o método mais utilizado para a produção de materiais refratários (LIMA *et al.*, 2022). As mulitas obtidas por esse processo possuem composição estequiométrica e cristais com dimensões que variam de 1 a 100 µm, podendo apresentar morfologia acicular ou equiaxial, a depender das condições de síntese (SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015; SCHNEIDER; SCHREUER; HILDMANN, 2008).

O emprego de matérias-primas derivadas de resíduos minerais, industriais e de construção tem se mostrado uma abordagem promissora, com benefícios econômicos e ambientais (JI *et al.*, 2021; VIEIRA; RAMOS; VIEIRA, 2007). Nos últimos anos, em especial, a gestão desses resíduos tem se tornado um tema de crescente relevância científica e social (KHALIL; ALGAMAL, 2020).

3.3 Síntese de Mulita a Partir de Resíduos da Mineração de Ferro

Diversos resíduos industriais e de mineração têm sido empregados como precursores para a síntese de produtos à base de mulita, desde que apresentem um teor considerável de sílica ou alumina (CHOO *et al.*, 2019). Entre os diferentes tipos de resíduos avaliados na literatura, podem-se citar os da mineração de quartzo (CARVALHO *et al.*, 2022), bauxita (DE AZEVEDO *et al.*, 2022) e ferro (FONTES *et al.*, 2019); catalisadores de craqueamento após sua vida útil (RESTREPO *et al.*, 2020); resíduos da manufatura de peças de alumínio (KONGKAJUN *et al.*, 2019) e da indústria cerâmica (KHALIL; ALGAMAL, 2020); cinzas volantes de usinas termelétricas (LIN *et al.*, 2015), entre muitos outros. Em particular, o

presente estudo se concentra no uso de resíduos da mineração de ferro como uma alternativa de grande interesse.

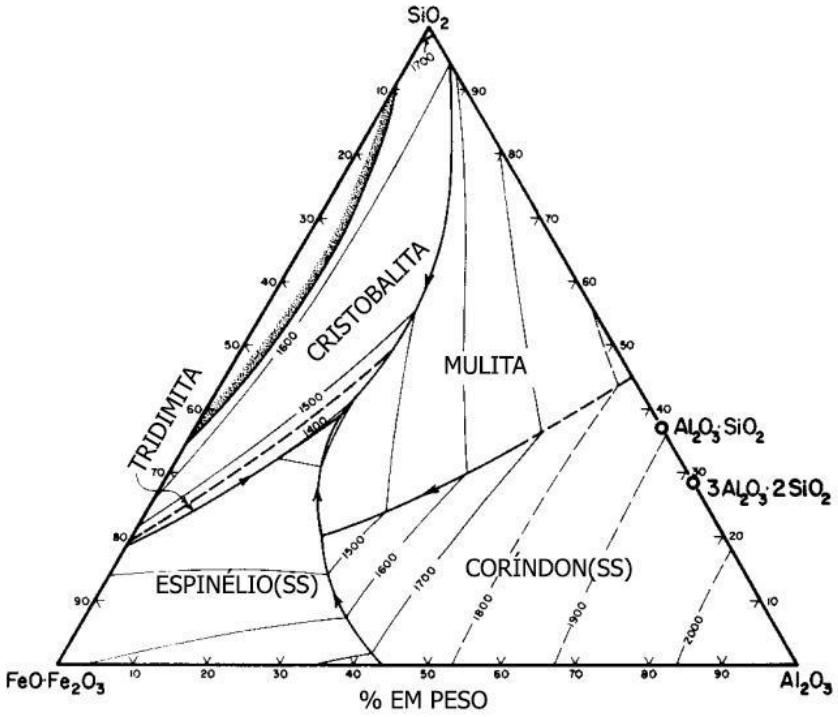
Apesar das vantagens econômicas e ecológicas associadas ao uso de resíduos como parte da matéria-prima, a presença de impurezas é um fator de imprevisibilidade que altera as propriedades finais do produto (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010; PASK; SCHNEIDER, 2006). Os resultados experimentais disponíveis na literatura sobre impurezas no sistema Al_2O_3- SiO_2 são frequentemente divergentes e, em alguns casos, contraditórios (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010). De modo geral, as cerâmicas obtidas a partir de resíduos são geralmente materiais heterogêneos, com múltiplas fases e maior porosidade em comparação às produzidas com precursores de alta pureza (CHOO *et al.*, 2019).

A presença de impurezas, em geral, atuam como fundentes, permitindo a nucleação da mulita em temperaturas relativamente inferiores. Porém, reduzindo a refratariedade das peças formadas (CHOO *et al.*, 2019; MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010; PASK; SCHNEIDER, 2006).

No caso do óxido de ferro(III), óxido férrico ou, simplesmente, Fe_2O_3, principal impureza dos resíduos de mineração de ferro (ROMERO *et al.*, 2021), além de atuar como fundente (PASK; SCHNEIDER, 2006), pode comprometer a integridade estrutural das peças nas condições extremas em que refratários tipicamente atuam (CHATTERJEE; DAS, 1954). Além disso, os resíduos da mineração de ferro podem conter outros compostos em menor quantidade, como CaO e K_2O (FONTES *et al.*, 2019; ROMERO *et al.*, 2021), que, nesse contexto, podem ser considerados equivalentes ao óxido de ferro, uma vez que desempenham características semelhantes como impurezas no sistema Al_2O_3-SiO_2 (FONTES *et al.*, 2019).

O diagrama de fases do sistema FeO-Fe_2O_3-SiO_2-Al_2O_3, que abrange todas as variantes de óxidos de ferro, apresentado na Figura 3.7, ilustra as relações de fase em função da composição e da temperatura do sistema. As linhas sólidas mais intensas representam as linhas de cristalização, com setas indicando a direção da redução da temperatura. As linhas sólidas mais leves correspondem às isotermas em intervalos de 100 ºC. As linhas hachuradas delimitam a região de dois líquidos. O diagrama foi elaborado em condições atmosféricas, ou seja, com pressão parcial de 0,21 atm de O_2.

Figura 3.7 – Diagrama do sistema $FeO{\cdot}Fe_2O_3$-SiO_2-Al_2O_3 em condições atmosféricas



Fonte: Adaptado de MUAN, 1957.

A partir do diagrama da Figura 3.7, observa-se que, na ausência de óxidos de ferro, a mulita 3:2 funde-se entre 1900 ºC e 2000 ºC, valor próximo ao definido no diagrama de fases da Figura 3.4.

Em condições atmosféricas, os íons de ferro, predominantemente na forma Fe^{3+}, são incorporados à estrutura cristalina da mulita, substituindo os íons Al^{3+} até o limite de solubilidade de 12 % em massa de Fe^{3+} (PROSTAKOVA et al., 2019). Essa substituição induz uma redução progressiva do ponto de fusão do material, atingindo um valor mínimo de aproximadamente 1380 °C no limite de solubilidade (MUAN, 1957), o que evidencia a necessidade de minimizar a presença de óxidos de ferro nos resíduos utilizados.

A composição e a quantidade de impurezas desempenham um papel significativo na morfologia dos cristais de mulita (CHOO *et al.*, 2019; MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010). Quando dissolvidas na estrutura cristalina da mulita, as impurezas reduzem a energia de superfície em determinadas direções do cristal, favorecendo um crescimento preferencial e resultando na formação de grãos alongados (MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010). Em particular, o plano (001) é o mais favorecido pela presença de hematita (Fe_2O_3), principal impureza no resíduo da mineração de ferro no contexto da produção de mulita (YE; LI; SUN, 2019).

Um exemplo desse fenômeno pode ser observado na evolução microestrutural de corpos de prova de mulita produzidos utilizando caulinita contendo impurezas mineralógicas ricas em ferro, comparado aos produzidos pela rota sol-gel, utilizando boehmita (AlO(OH)) e sílica coloidal como precursores de alta pureza química (REZAIE; RAINFORTH; LEE, 1997).

Os resultados mostram que a mulita de alta pureza obteve densidade máxima de 3,00 g/cm³ após sinterização por 2 horas a 1700 ºC, apresentando grãos equiaxiais e uma fase vítrea localizada principalmente nas junções triplas. Em contrapartida, a mulita obtida a partir da caulinita apresentou grãos com alta razão de aspecto em uma matriz vítrea, com densidade máxima de 2,68 g/cm³ (REZAIE; RAINFORTH; LEE, 1997).

Apesar da influência das impurezas, diversos estudos foram elaborados visando o reaproveitamento de resíduos da mineração de ferro para a produção de peças cerâmicas contendo total ou parcialmente a fase mulita. Fontes *et al.* (2019), com o objetivo de ampliar as possíveis aplicações dos resíduos de mineração de ferro atualmente estocados em barragens no estado de Minas Gerais, coletaram 12 amostras de três barragens e realizaram a segregação dos particulados em três operações sucessivas de moagem a seco, combinadas com separação por gravidade (ciclones e filtros) e separação magnética (FONTES *et al.*, 2019; OLIVEIRA; BARROS; FIOROTTI, 2012). Esse processo resultou na obtenção de três frações de pó com diferentes granulometrias e composições.

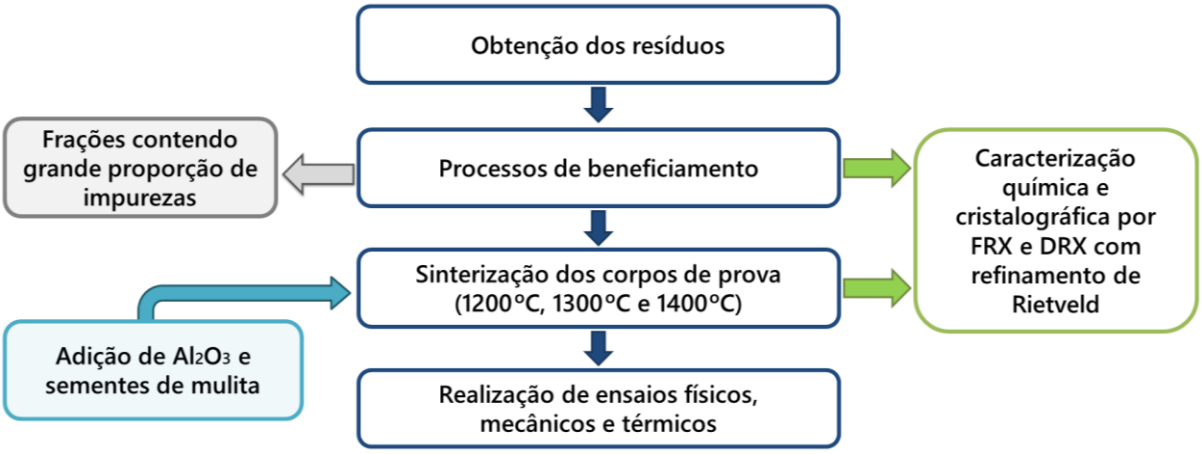
A fração de maior granulometria continha altas proporções de sílica (~87%) e, dada sua granulometria, os autores sugeriram seu uso como agregado em uma variedade de aplicações na construção civil. Já a fração de menor granulometria apresentava maior teor de Fe_2O_3 (~62%) e foi utilizada para a produção de placas cerâmicas. As cerâmicas sinterizadas a partir desse material desenvolveram as fases mulita, cristobalita, hematita e uma fase vítrea, conferindo ao material plasticidade adequada para o processo de conformação, além de resistência mecânica suficiente produção de placas cerâmicas.

A partir dos resultados apresentados pelos supracitados autores, conclui-se que a segregação física dos resíduos da mineração de ferro possibilita a obtenção de matérias-primas para a síntese de cerâmicas à base de mulita com granulometria e composição química relativamente controladas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho visa a utilização de resíduos da mineração de ferro como parte da matéria-prima empregada na produção de blocos refratários contendo a fase mulita, visando maior economia na obtenção de matéria-prima e redução dos impactos socioambientais provocados pelo descarte desse resíduo, geralmente em barragens. O fluxograma apresentado na Figura 4.1 mostra o esquema da metodologia adotada para a realização da presente pesquisa.

Figura 4.1 – Fluxograma das etapas da pesquisa experimental



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

4.1 Processos de Beneficiamento

A pesquisa foi realizada utilizando resíduos de mineração de duas diferentes localidades do Quadrilátero Ferrífero de Minas Gerais. O primeiro (Resíduo A) é proveniente do Complexo Metamórfico Bação e o segundo (Resíduo B) da Formação Cauê (UFOP, 2019). Ambos foram avaliados em duas etapas sucessivas de beneficiamento para minimizar o teor de impurezas para a formação de mulita, que consistiram no processo de deslamagem, para a remoção de finos de composição variada, como argilas e coloides, seguida da separação magnética, destinada a reduzir o teor das fases ferrosas.

Inicialmente, ambos os resíduos foram secos ao ar, homogeneizados e seus torrões foram desmanchados, conforme a Norma Brasileira (NBR) 7181/84 da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), que prescreve os procedimentos para análise granulométrica de solos (ABNT, 2025) e a NBR 6467/86 referente à preparação de amostras de solo para ensaios de compactação e caracterização (ABNT, 2024), ambas adaptadas aos interesses da pesquisa.

Em seguida, cada resíduo foi peneirado visando separar a fração de pedregulho, ou seja, a fração retida acima de 2,36 mm (ABNT, 2022; ASTM, 2007), que não foi considerada para a pesquisa. Obtendo-se assim o resíduo bruto a ser utilizado ao longo da pesquisa.

O processo de deslamagem de ambos os resíduos foi realizado através da técnica de sedimentação gravitacional, que se baseia na Lei de Stokes. Essa lei estabelece que, em um escoamento laminar de um fluido newtoniano, a velocidade de sedimentação de uma partícula esférica é determinada pela Equação (4.1) (SAHAI; MOGHANLOO, 2019).

$$v_s = \frac{(\rho_p - \rho_f)\, g\, d^2}{18 \cdot \mu} \tag{4.1}$$

Onde v_s representa a velocidade terminal de sedimentação, g é a aceleração da gravidade, d é o diâmetro da partícula, ρ_p e ρ_f correspondem às densidades mássicas da partícula e do fluido, respectivamente, e μ é a viscosidade dinâmica do fluido.

Para esta análise, as variáveis independentes consideradas são a densidade e o diâmetro das partículas, enquanto os demais parâmetros podem ser tratados como constantes. De forma geral, a equação indica que partículas de maior granulometria e densidade sedimentam mais rapidamente no fundo do recipiente, permitindo, assim, a separação em função dessas características.

Inicialmente, cada resíduo foi disperso em água e submetido a agitação vigorosa para formar a suspensão. O tempo de repouso para a sedimentação das partículas foi determinado empiricamente, com base na observação do sistema, uma vez que o modelo matemático da Lei de Stokes envolve duas variáveis independentes e o processo não ocorre em condições ideais. Dessa forma, estabeleceu-se um intervalo de 45 segundos como o mais adequado, permitindo que as partículas mais finas permanecessem em suspensão enquanto as outras já estavam próximas ao fundo do recipiente.

A remoção da fração suspensa foi realizada por sifonação, utilizando um sifão imerso no líquido até aproximadamente 90% da altura total da suspensão. A lama sifonada foi armazenada em baldes para completar a sedimentação. Apesar de sua composição conter diversos aluminossilicatos argilosos, optou-se por não utilizar esse material ao longo da pesquisa, devido a possíveis riscos de ocorrer sua fusão nas temperaturas de sinterização adotadas, o que poderia comprometer a integridade do forno utilizado. No entanto, esse material apresenta diversas aplicações, como na produção de cerâmicas vermelhas, pigmentos de alta estabilidade térmica e aditivos na construção civil (FONTES *et al.*, 2019; GONG *et al.*, 2023; LI *et al.*, 2020; MENDES *et al.*, 2019; YESILAY, 2023).

Considerando as simplificações adotadas no modelo, o processo foi repetido cinco vezes, quantidade que, segundo a literatura, apresenta eficiência satisfatória para a deslamagem (LIMA; LUZ, 2001).

Após o processo de deslamagem, parte de cada resíduo deslamado foi submetida à separação magnética de alta intensidade, utilizando o separador magnético modelo WHIMS 3x4L, do Laboratório de Tratamento de Minérios do Departamento de Minas (DEMIN) da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

O procedimento foi realizado com corrente de 7 amperes e tensão de 127 volts, utilizando uma abertura de matriz de 1,5 mm. Considerando a granulometria do material e as especificações do equipamento, a intensidade do campo magnético foi em torno de 10.000 a 11.000 gauss. Além disso, para adequação às condições operacionais do equipamento, todo o material foi previamente suspenso em água e submetido a duas passagens sucessivas pelo separador magnético, de modo a intensificar a remoção de partículas magnéticas remanescentes.

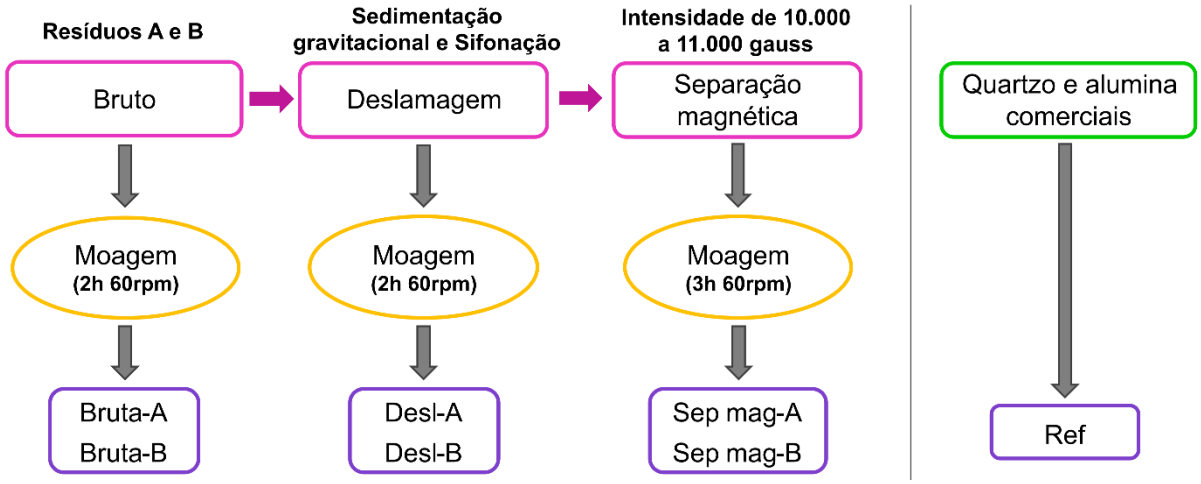
Após o procedimento, ambas as frações magnética e não magnética foram secas em chapa quente a 120 ºC por 8 horas e, posteriormente, pesadas em balança analítica. A fração magnética, composta predominantemente por óxidos ferrosos, especialmente hematita, pode ser reinserida na cadeia produtiva do aço, agregando valor ao resíduo e promovendo uma etapa adicional no beneficiamento do minério de ferro.

Por fim, o resíduo bruto, o deslamado e o obtido após a separação magnética foram moídos no moinho de bolas SL 34/E da Solab, utilizando bolas de aço na proporção de 1:1, visando reduzir a granulometria do material e aumentar a reatividade das reações para a formação de mulita durante o processo de sinterização.

O processo de moagem foi realizado sob condições operacionais pré-estabelecidas pelo laboratório para a utilização do moinho, com duração de 2 horas a 60 rotações por minuto (rpm). Porém, a granulometria do resíduo pós-separação magnética apresentou uma granulometria visivelmente destoante das demais. Diante disso, optou-se por submeter o material a um tempo adicional de moagem de 1 hora, mantendo-se as mesmas condições operacionais.

Um resumo geral das etapas de beneficiamento está apresentado na Figura 4.2. Para as amostras de referência, sem uso de resíduos, utilizou-se quartzo e alumina adquiridos em loja especializada em materiais cerâmicos. Além disso, não foi necessária uma etapa de moagem, uma vez que apresentavam granulometria comparativamente fina.

Figura 4.2 – Fluxograma das etapas de beneficiamento



Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Após a moagem, a granulometria dos resíduos A e B foi determinada utilizando um Analisador de Partículas a Laser (CILAS® modelo 1090), pelo método de difratometria a laser, adotando a teoria de Fraunhofer como modelo de difração (DAN HIRLEMAN, 1988).

4.2 Análise Química e Mineralógica

A análise elementar e das fases presentes nos resíduos A e B, em cada etapa do processamento, foi determinada por Fluorescência de Raios X (FRX) e por Difração de Raios X (DRX) com refinamento de Rietveld, respectivamente. Ambos os ensaios foram conduzidos no laboratório de Caracterização do Departamento de Materiais (DEMAT) do CEFET-MG.

A análise por FRX foi realizada em um espectrômetro Shimadzu EDX-720. Uma vez que não foram adotadas curvas de calibração, a técnica possui caráter qualitativo e, portanto, seu objetivo foi auxiliar na identificação das fases obtidas por DRX.

Já a análise por DRX foi realizada em um difratômetro Shimadzu XRD-7000, utilizando fonte de radiação do tipo Cobre Kα, com comprimento de onda de 1,54 Angstrom (Å), operando a 40 kV e 30 mA. As amostras não demandaram preparo adicional, e os resultados obtidos foram analisados pelo software XPowder Ver. 2004.04.70 com o banco de dados “PDF2.DAT” do Centro Internacional de Dados de Difração (ICDD) para a identificação das fases presentes.

A quantificação das fases foi determinada por refinamento de Rietveld (TOBY, 2019), utilizando o programa GSAS (LARSON; VON DREELE, 2000) com a interface EXPGUI (TOBY, 2001), usando a função de perfil pseudo-Voigt de Thompson-Cox-Hastings e a

radiação de fundo ajustada pelo polinômio de Chebyschev. Foram refinados o fator de escala, célula unitária, radiação de fundo, assimetria do perfil, os parâmetros da largura total a meia altura, refinados a partir dos parâmetros de alargamento instrumental obtidos com um padrão, a posição atômica, deslocamentos atômicos isotrópicos e fatores de ocupação dos cátions.

4.3 Síntese das Sementes de Mulita

A utilização de sementes de mulita para promover a nucleação heterogênea e favorecer a cinética da mulitização foi analisada. Inicialmente, para a síntese das sementes de mulita, foram realizadas análises por DRX com refinamento de Rietveld, FRX e granulometria a laser da sílica e alumina comerciais, disponíveis no laboratório de cerâmicas finas do CEFET-MG, para assegurar a composição e a pureza das fases presentes, bem como avaliar a distribuição granulométrica desses materiais.

Em seguida, uma mistura estequiométrica de 28% em massa de SiO_2 e 72% de Al_2O_3, correspondente à composição da mulita (LIMA *et al.*, 2022; SCHNEIDER; FISCHER; SCHREUER, 2015), foi manualmente misturada por agitação mecânica vigorosa e então submetida à sinterização em um forno elétrico Grion 1767, a 1600 °C, por 4 horas, com taxa de aquecimento de 5 °C/min.

O processo de sinterização das sementes de mulita resultou na aglomeração dos pós em uma estrutura sólida relativamente rígida, inviabilizando sua fragmentação manual utilizando um almofariz e pistilo. Para reduzir o material a fragmentos menores, a cerâmica foi quebrada com o auxílio de uma prensa hidráulica disponível no Laboratório de Caldeiraria. A fim de evitar a contaminação por impurezas, foram utilizadas chapas de aço inoxidável 316 acima e abaixo da cerâmica durante a prensagem. Em seguida, os fragmentos foram encaminhados ao laboratório de tratamento de minérios do DEMIN/UFMG, onde foram moídos em um moinho de panela Renard, modelo BIR200x800, por 2 minutos.

A granulometria das sementes produzidas foi determinada, e sua caracterização foi realizada por DRX com refinamento de Rietveld para quantificar a proporção da fase mulita formada.

4.4 Síntese dos Corpos de Prova

A partir da análise química e cristalográfica dos resíduos A e B, da alumina e da sílica comerciais, bem como das sementes de mulita sintetizadas, foram preparados corpos de prova

em triplicata utilizando os resíduos em cada etapa de seu beneficiamento, além de corpos de prova de referência, produzidos utilizando quartzo comercial como fonte de SiO_2. Cada corpo de prova possuía cerca de 30 gramas.

A proporção entre resíduo e alumina comercial nos corpos de prova foi mantida constante, sendo 28% de sílica e 72% de alumina. Para aqueles contendo sementes, foi adicionada uma quantidade correspondente a 5% em peso da fase mulita. A determinação da quantidade de resíduo e alumina comercial necessários para a formulação dos corpos de prova, considerando as impurezas presentes, foi realizada por meio de cálculos estequiométricos, com base nos valores obtidos por DRX com refinamento Rietveld.

As quantidades determinadas de resíduo, alumina e sementes (quando aplicável) para formar cada corpo de prova foram homogeneizados manualmente por cerca de 1 minuto em um tubo Falcon de 50 ml. Em seguida, a mistura foi submetida a uma nova homogeneização com o auxílio de um agitador vórtex, disponível no Laboratório de Biomateriais do CEFET-MG, por mais 1 minuto.

As matérias-primas homogeneizadas foram compactadas em uma prensa hidráulica SL-12 da Solab Científica. Para melhorar a qualidade da compactação, foi adicionada 5% em peso de uma solução formada por 5% em peso de álcool polivinílico (CAS nº 25213-24-5) em água. Além disso, as paredes do molde foram lubrificadas com óleo vegetal para minimizar o atrito entre o pó e a superfície do molde durante a compactação.

O material particulado, misturado ao aditivo, foi então prensado à temperatura ambiente sob uma força equivalente ao peso de 14 a 16 toneladas, por aproximadamente 1 minuto. Após a retirada das peças do molde, elas foram secas em estufa a 120 °C por 18 horas. As peças verdes foram então submetidas ao processo de sinterização no forno elétrico descrito na seção anterior, com uma taxa de aquecimento de 5 °C/min, até atingirem as temperaturas finais de 1200 °C, 1300 °C e 1400 °C, respectivamente, para grupos distintos de amostras. Após atingir a temperatura estabelecida, as peças foram mantidas nesse patamar por 4 horas.

Esse intervalo de temperaturas foi adotado visando otimizar a formação da fase mulita em temperaturas relativamente inferiores às normalmente requeridas em processos típicos de síntese de materiais refratários à base de mulita, geralmente superiores a 1400 °C (GUO HUISHI *et al.*, 2023; YU-MING *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2024), por meio do uso de sementes. Além de possibilitar maior viabilidade econômico-ambiental do processo com a redução do consumo energético.

A Tabela 4.1 apresenta a composição, em gramas, dos corpos de prova sinterizados. Para um corpo de prova de 30 gramas contendo 5% em peso de mulita, ou seja, 1,5 gramas da

fase mulita, é necessário adicionar 1,88 gramas de sementes. Por fim, a Tabela 4.2 apresenta a composição das amostras de referência.

Tabela 4.1 – Composição dos corpos de prova sinterizados

Amostras	Com resíduo A (g)			Com resíduo B (g)		
	Resíduo	Al_2O_3	Semente	Resíduo	Al_2O_3	Semente
Bruta C	11,99	16,13	1,88	8,32	19,80	1,88
Bruta S	12,60	17,40	–	8,87	21,13	–
Desl C	8,52	19,60	1,88	7,84	20,28	1,88
Desl S	8,95	21,05	–	8,36	21,64	–
Sep mag C	8,49	19,63	1,88	7,77	20,35	1,88
Sep mag S	8,92	21,08	–	8,29	21,71	–

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Tabela 4.2 – Composição dos corpos de prova de referência

Amostras	Quartzo (g)	Al_2O_3 (g)	Semente (g)
Ref C	8,40	21,60	–
Ref S	8,00	20,12	1,88

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

A nomenclatura adotada para as amostras segue a seguinte estrutura: a temperatura de sinterização do corpo de prova, a sigla correspondente à etapa de beneficiamento do resíduo utilizado, sendo “Bruta” para a amostra contendo o resíduo tal como recebido, “Desl” após a deslamagem e “Sep mag” após a separação magnética, seguida pelas letras “C” ou “S”, indicando se a amostra foi produzida com ou sem a adição de sementes de mulita, respectivamente, e, por fim, a letra correspondente ao resíduo empregado. Por exemplo, um corpo de prova produzido com o resíduo B após a etapa de deslamagem, sinterizado a 1300 ºC e contendo sementes de mulita, será identificado como 1300-Desl C-B.

4.5 Ensaio de Densidade e Porosidade

O ensaio de densidade foi adotado para determinar a densidade bulk (ou aparente) e, consequentemente, a porosidade total das peças sinterizadas, tendo em vista que esta é uma propriedade relevante para materiais refratários. Em geral, quanto maior a porosidade, maior será o isolamento térmico do material, no entanto, há uma redução nas propriedades mecânicas, bem como da resistência à corrosão, abrasão, desgaste e erosão (TERNERO *et al.*, 2021). De modo geral, os materiais refratários podem ser classificados com base em sua porosidade, sendo denominados refratários densos quando apresentam porosidade inferior a 45 %, e refratários isolantes quando a porosidade é superior a esse valor (SARKAR, 2016).

O ensaio foi realizado conforme as normas ASTM C373 e ASTM C20 (ASTM, 2022, 2023). Após serem retiradas do forno, as peças foram pesadas em balança analítica para determinação do peso seco (PA) e, em seguida, imersas em água.

A água foi fervida com um ebulidor por 2 horas para aumentar sua viscosidade e facilitar sua penetração nos poros das peças. Após o aquecimento, as peças foram mantidas em repouso na água por cerca de 18 horas. Em seguida, foram retiradas, levemente secas com um pano macio umedecido para remover as gotas de água da superfície e novamente pesadas, registrando-se o peso úmido (PU). Por fim, utilizou-se uma balança hidrostática para determinar o peso das peças quando imersas (PI).

A partir dos valores de PA, PU e PI, a densidade bulk (ρ_B) foi calculada por meio da Equação (4.2).

$$\rho_B = \frac{PA}{PU - PI} \tag{4.2}$$

A densidade teórica (ρ_t), necessária para a determinação da porosidade total, foi obtida considerando-se um modelo sem porosidade, sendo calculada a partir da média ponderada das densidades teóricas das fases presentes nas amostras, determinadas pelo refinamento de Rietveld. Por sua vez, a porosidade total (PT) foi calculada por meio da Equação (4.3).

$$P_T = \left(1 - \frac{\rho_B}{\rho_t}\right) \cdot 100\% \tag{4.3}$$

Ao término do ensaio, as peças foram levadas à estufa a 120 °C por 24 horas.

4.6 Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão, ou dobramento, foi realizado em uma Máquina Universal de Ensaios Shimadzu Autograph AGS-X Series, com capacidade de carga de 10 kN, utilizando o software Trapezium X, versão 1.3.1. A configuração do ensaio foi determinada via software após a calibração do equipamento. Definiu-se o ensaio como dobramento em 3 pontos, com velocidade de 1 mm por minuto, de modo a preservar o caráter do ensaio próximo ao estático. Os demais parâmetros foram mantidos conforme o padrão do software, seguindo o protocolo interno do Laboratório de Polímeros para a realização dos ensaios no equipamento.

A determinação das propriedades mecânicas a partir do ensaio foi fundamentada em trabalhos sobre ensaio de flexão em materiais frágeis e na norma ASTM C1161-13 (ASTM, 2018; BUFFONI, 2017; GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012; SOUZA, 1982).

Os corpos de prova, em formato de prisma retangular, tiveram largura (b) e espessura (h) medidas com o auxílio de um paquímetro. A distância entre os apoios no ensaio foi de 40 mm (L). A partir dessas medidas, o módulo de ruptura em flexão (σ_{max}) foi calculado com base na carga máxima aplicada no momento da ruptura (Q_{max}) por meio da Equação (4.4).

$$\sigma_{max} = \frac{3\ L\ Q_{max}}{2\ b\ h^2} \tag{4.4}$$

As incertezas tipo B, que não podem ser avaliadas utilizando análise estatística, dada a relativa precisão dos instrumentos de medida, foram desconsideradas.

Outra propriedade determinada no ensaio foi o módulo de elasticidade em flexão do material, obtido pela Equação (4.5).

$$E = 0{,}25\ \frac{(Q_{50} - Q_{20})\ L^3}{(\gamma_{50} - \ \gamma_{20})\ b\ h^3} \tag{4.5}$$

Em que Q_{50} e Q_{20} correspondem, respectivamente, a 50% e 20% da força de ruptura (Q_{max}), enquanto γ_{50} e γ_{20} representam a deflexão da peça registrados nesses respectivos valores de carga. Esse intervalo foi adotado pois é o que melhor se ajusta ao modelo elástico linear empregado em toda a análise.

Por fim, os dados obtidos pelo ensaio de flexão foram empregados para desenvolver um modelo empírico para ampliar a análise da influência da porosidade nas propriedades mecânicas de peças produzidas utilizando resíduos de mineração de ferro. Os parâmetros empíricos foram determinados a partir da linearização dos dados experimentais, seguida de regressão linear.

Dentre os diversos modelos propostos, destaca-se o modelo exponencial de Ryshkewitch-Duckworth, um modelo relativamente simples e utilizado para modelar a relação entre a fração de poros na amostra com a resistência do corpo de prova às tensões de tração, compressão, flexão e torção (RYSHKEWITCH, 1953). Sua formulação é dada pela Equação (4.6).

$$\sigma = \sigma_0 e^{-BP} \tag{4.6}$$

Onde σ representa a resistência da peça, σ_0 é a resistência da mesma peça sem porosidade, P é a porosidade expressa como uma fração do volume total e B é uma constante empírica (LI; AUBERTIN, 2003; RYSHKEWITCH, 1953).

De forma análoga, foi observado empiricamente uma relação semelhante entre a porosidade e o módulo de elasticidade (SPRIGGS, 1961), a qual pode ser modelada por uma equação similar, conforme expressa na Equação (4.7).

$$E = E_0 e^{-BP} \tag{4.7}$$

Onde, de forma similar, E é o módulo de elasticidade em flexão da peça, enquanto E_0 é o módulo assumindo porosidade zero.

4.7 Ensaio de Difusividade Térmica

O ensaio de difusividade térmica (α), para determinar a taxa de propagação da energia térmica através da seção transversal do material (BARBOSA; AGUILAR; SALES, 2021; SEE *et al.*, 2014), foi realizado pelo método quadrupolo (COSTA *et al.*, 2021; MAILLET *et al.*, 2000), utilizando um Difusivímetro QuadruFlash 1200, no Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN).

No total, foram analisadas sete amostras correspondentes a peças cerâmicas sinterizadas a 1400 °C com adição de sementes, por apresentarem melhor desempenho mecânico em geral. Foram utilizadas amostras contendo os resíduos A e B nas etapas bruto, deslamado e pós-separação magnética, além da amostra de referência. Para atender às condições do equipamento, as amostras foram prensadas uma força equivalente à 9 toneladas em formato cilíndrico, com cerca de 1 cm de diâmetro e 0,4 cm de espessura.

Antes das medições, os corpos de prova foram revestidos com uma fina camada de carbono em ambas as faces planas, a fim de melhorar a emissividade e garantir a absorção

uniforme do feixe de laser (CAMARANO; SANTOS; MANSUR, 2021). Para cada amostra, foram realizadas em média 40 medições, variando a posição das peças no encaixe do equipamento de forma a obter um valor médio representativo da difusividade térmica para cada amostra.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Granulometria e Composição dos Resíduos

A granulometria dos resíduos A e B, e de suas etapas sucessivas de beneficiamento, após o processo de moagem, está apresentada na Tabela 5.1. As curvas completas de distribuição granulométrica encontram-se no Apêndice A.

Os valores do $D_{médio}$ para todas as amostras variam entre 23,55 µm e 95,81 µm. De modo geral, o resíduo A apresentou uma granulometria menor que o resíduo B, devido à maior presença de materiais finos e argilosos.

Entre as etapas de beneficiamento, a deslamagem de ambos os resíduos foi a que apresentou a maior granulometria. Isso ocorre pois, inicialmente, ambos os resíduos possuíam a maior concentração de finos, cerca de 70% em massa, cuja remoção durante a deslamagem deslocou a distribuição granulométrica para valores superiores.

No caso da etapa de separação magnética, o tempo adicional de moagem empregado fez com que o valor da granulometria fosse reduzido, aproximando-se dos valores observados para o resíduo bruto em ambos os casos.

Tabela 5.1 – Granulometria dos resíduos após a moagem

		D_{10} (µm)	D_{50} (µm)	D_{90} (µm)	$D_{médio}$ (µm)
Resíduo A	Bruta	2,88	19,10	71,92	30,61
	Deslamada	4,33	34,08	91,31	41,97
	Sep mag	2,26	16,18	55,94	23,55
Resíduo B	Bruta	3,23	37,80	88,78	42,29
	Deslamada	24,97	92,58	167,08	95,81
	Sep mag	4,94	32,30	71,38	35,83

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Os resultados da etapa de separação magnética, que possibilitou a separação entre as fases ferrosas e não-ferrosas, estão apresentados na Tabela 5.2. Foram utilizados 5091 gramas do resíduo A e 2116 gramas do resíduo B no processo, sendo removidas 8,01% e 14,81% das

frações magnéticas dos resíduos A e B, respectivamente. Além disso, observou-se uma perda de 84 gramas (1,69%) para o resíduo A e de 55 gramas (2,48%) para o resíduo B, possivelmente devido a perdas durante o processamento. Sendo assim, essas quantidades foram desconsideradas.

Tabela 5.2 – Massas após a separação magnética

Material	Resíduo A		Resíduo B	
	Massa (g)	Percentual	Massa(g)	Percentual
Resíduo após separação	4606	91,99%	1841	85,19%
Fração magnética removida	401	8,01%	320	14,81%
Total	5007	100,00%	2161	100,00%

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

O resíduo B apresentou um percentual de hematita quase duas vezes superior ao resíduo A. Isso é atribuído às condições mineralógicas da região de onde o resíduo foi gerado.

5.2 Quantificação das Fases do Resíduo por Refinamento Rietveld

Os modelos obtidos por meio do refinamento Rietveld conseguiram se ajustar de maneira satisfatória aos dados experimentais, considerando o fator de qualidade do ajuste chi-quadrado (χ^2) (TOBY, 2019) e a pequena discrepância entre os modelos teóricos e os dados experimentais. Os difratogramas estão disponíveis no Apêndice B. Por fim, a Tabela 5.3 apresenta a porcentagem mássica das fases presentes em cada etapa do beneficiamento dos resíduos.

O resíduo A apresentou maior quantidade e diversidade mineralógica em comparação ao resíduo B, o que é consistente com o fato de que o resíduo A, em sua forma bruta, apresentou menor granulometria, indicando a presença de uma maior quantidade de finos associados a aluminossilicatos.

Tabela 5.3 – Composição de fases dos resíduos em suas etapas de beneficiamento

Fases	Resíduo A (%)			Resíduo B (%)		
	Bruto	**Desl**	**Sep mag**	**Bruto**	**Desl**	**Sep mag**
Quartzo (card: 782315)	60,8 ± 0,4	88,7 ± 0,4	88,2 ± 0,4	89,2 ± 0,3	97,6 ± 0,3	98,8 ± 0,4
Hematita (card: 871165)	13,2 ± 0,2	1,6 ± 0,1	1,1 ± 0,1	8,6 ± 0,1	2,4 ± 0,1	1,2 ± 0,1
Caulinita (card: 781996)	8,9 ± 0,1	–	–	2,2 ± 0,1	–	–
Moscovita (card: 800743)	10,5 ± 0,2	–	–	–	–	–
Microclina (card: 120703)	6,6 ± 0,2	9,7 ± 0,1	10,7 ± 0,1	–	–	–

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Adicionalmente, o resíduo A continha as fases, muscovita ($KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$) e microclina ($KAlSi_3O_8$), além de apresentar um teor maior de caulinita ($Al_4(Si_4O_{10})(OH)_8$) em relação ao resíduo B. Ainda no resíduo A, a deslamagem possibilitou a remoção das fases caulinita e muscovita, cujas concentrações ficaram abaixo da resolução da análise que é em torno de 5% (NEWMAN *et al.*, 2015). No entanto, o teor de microclina aumentou, indicando que sua granulometria é similar ou superior à do quartzo, o que impediu sua remoção.

A presença das fases microclina e muscovita no resíduo A resultou na presença de potássio (K) como contaminante. Contudo, a quantidade de potássio é relativamente pequena, uma vez que o potássio presente na microclina e na muscovita representam 14,05% e 9,82% em massa, respectivamente. Dessa forma, a porcentagem em massa de átomos de potássio contidas no resíduo A é de 1,96%.

Em relação ao resíduo B, observou-se um maior teor de quartzo (89,2 ± 0,2) que, após a deslamagem, aumentou para 97,6% e alcançou cerca de 98,8% após a separação magnética.

O refinamento indica que houve uma redução de 0,5% e 1,2% na quantidade de hematita nos resíduos A e B, respectivamente, após a separação magnética. No entanto, de acordo com os dados da Tabela 5.2, esse valor deveria ser próximo de 8,01% e 14,81% para os resíduos A e B, respectivamente. Esse resultado pode ser atribuído à possibilidade de que, durante a separação magnética, parte das partículas separadas continham, além da hematita, fases não

ferrosas, o que contribuiu para o aumento da massa extraída quando comparado aos valores fornecidos pelo refinamento.

A Tabela 5.4 apresenta a composição dos resíduos na forma de óxidos isolados, determinados pela decomposição das fases em seus respectivos conjuntos de óxidos.

Tabela 5.4 – Composição de óxidos dos resíduos a partir da Tabla 5.3

	Resíduo A (%)			Resíduo B (%)		
Óxidos	**Bruto**	**Desl**	**Sep mag**	**Bruto**	**Desl**	**Sep mag**
SiO_2	73,97	94,98	95,13	90,22	97,60	98,80
Fe_2O_3	13,20	1,60	1,10	8,60	2,40	1,20
K_2O	2,36	1,64	1,81	–	–	–
Al_2O_3	8,76	1,78	1,96	0,87	–	–
H_2O	1,72	–	–	0,31	–	–

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

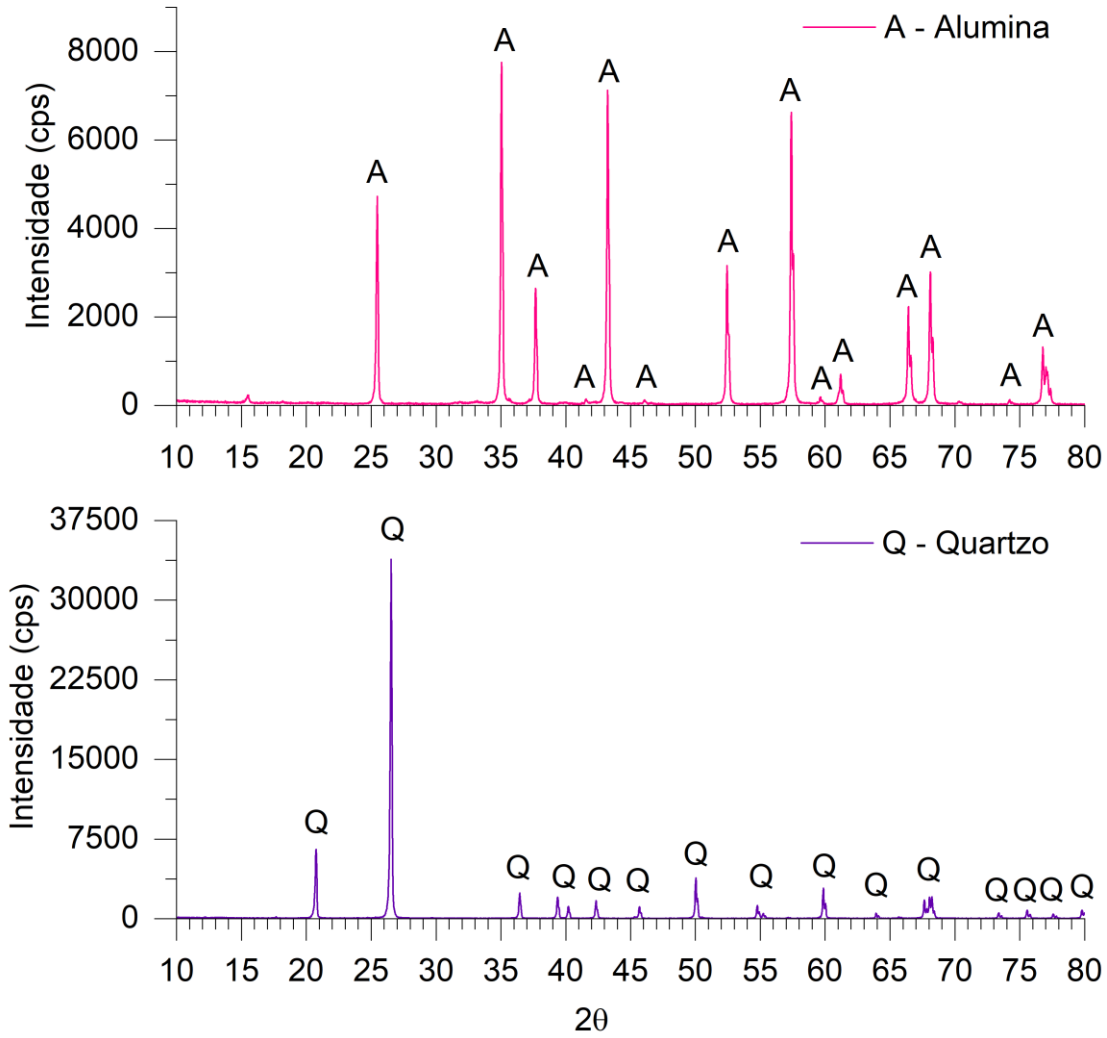
Observou-se que, no resíduo A, o teor de impurezas foi progressivamente reduzido, passando de 15,56% na forma bruta para 3,24% após a deslamagem e 2,91% após a separação magnética, o que representou uma redução total de 81,3%. No resíduo B, a redução foi de 72,1% após a deslamagem e 50,0% após a separação magnética, resultando em uma remoção total de 86,0% das impurezas.

De modo geral, o processo de beneficiamento demonstrou ser satisfatório para a remoção das impurezas dos resíduos, apresentando reduções relativas significativas na quantidade de impurezas e empregando métodos relativamente simples e aplicáveis em escala industrial.

5.3 Síntese e Caracterização das Sementes de Mulita

Os difratogramas do quartzo e da alumina comerciais empregados na síntese das sementes de mulita estão apresentados na Figura 5.1. Os picos demarcados com as letras A e Q referem-se, respectivamente, à alumina (ficha cristalográfica 711123) e ao quartzo (ficha cristalográfica 751522).

Figura 5.1 – Difratogramas da alumina e da sílica comerciais

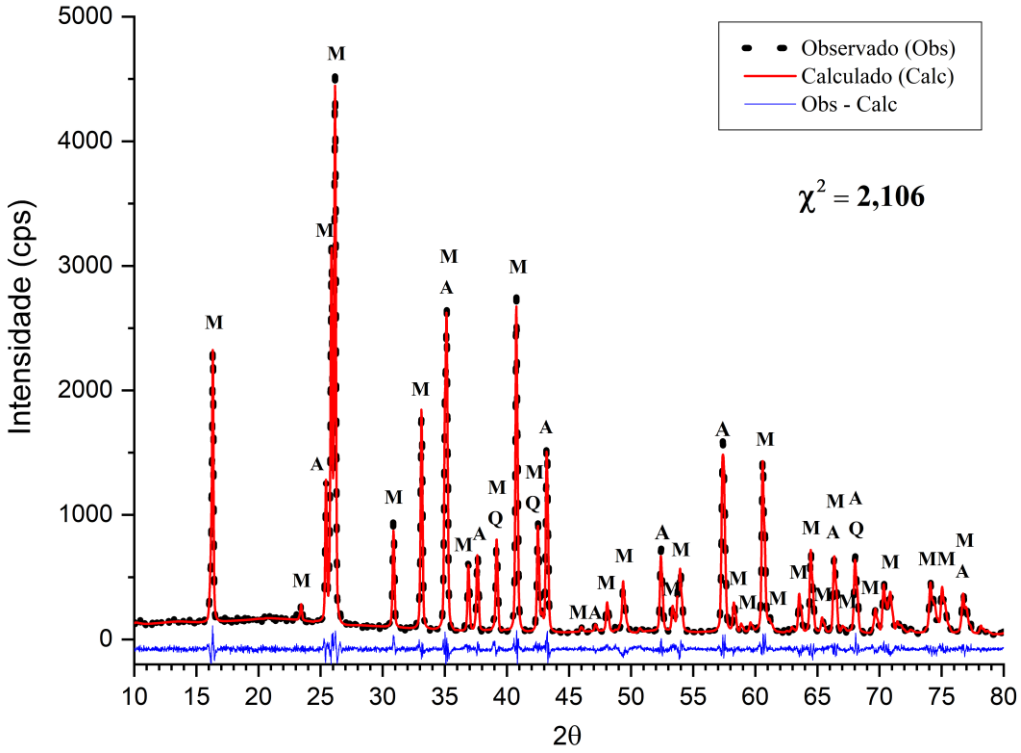


Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Após a sinterização, o difratograma obtido para as sementes de mulita, mostrado na Figura 5.2, revelou a presença das fases mulita (ficha cristalográfica 731389), alumina e quartzo residuais. Os picos associados à mulita, quartzo e alumina foram identificados pelas letras M, Q e A, respectivamente.

A partir da análise por refinamento de Rietveld, concluiu-se que as sementes são compostas por 79,8 $\pm$ 0,2% de mulita, 14,6 $\pm$ 0,1% de alumina e 5,6 $\pm$ 0,1% de quartzo. Essas frações de alumina e quartzo foram consideradas durante a confecção dos corpos de prova.

Figura 5.2 – Difratograma das sementes de mulita



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Por fim, a granulometria da alumina, quartzo e das sementes de mulita estão apresentadas na Tabela 5.5. Observa-se que o diâmetro médio desses materiais é inferior ao dos resíduos A e B em todas as suas etapas de beneficiamento.

Tabela 5.5 – Granulometria das matérias-primas

	D_{10} (µm)	D_{50} (µm)	D_{90} (µm)	$D_{médio}$ (µm)
Alumina comercial	0,34	5,27	20,10	8,27
Sílica comercial	6,71	15,06	29,52	16,81
Sementes de mulita	1,84	10,71	30,35	13,73

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

5.4 Produção e Análise dos Corpos de Prova

As Tabelas 5.6 a 5.11 apresentam a proporção mássica das fases presentes nos corpos de prova sinterizados.

Os difratogramas contendo as fases identificadas e o modelo matemático obtido através do refinamento de Rietveld para cada amostra estão apresentados no Apêndice C.

As fases identificadas ao longo de toda a análise foram: mulita (card: 731389), alumina (também conhecida como corindo, card: 711123), quartzo (card: 830539), hematita (card: 790007) e cristobalita (card: 820512), uma fase polimorfa da sílica, estável entre 1470 ºC e 1705 ºC (DAVILA; RISBUD; SHACKELFORD, 2008; PAGLIARI *et al.*, 2013), mas que pode se formar em temperaturas superiores a 1200 ºC (BRENEMAN; HALLORAN, 2014).

Os aluminossilicatos presentes, principalmente no resíduo A, não foram identificados nas peças sinterizadas, sugerindo que houve a decomposição térmica desses materiais, resultando nos óxidos SiO_2, Al_2O_3 e K_2O.

A Tabela 5.6 apresenta os corpos de prova sinterizados com o resíduo A a 1200 ºC. Na ausência de sementes, a formação de mulita foi limitada, sendo detectada em pequenas quantidades. No entanto, fazendo uso das sementes, a nucleação da fase foi significativamente aumentada, atingindo 17,0% na amostra 1200-Desl-A-C, representando um aumento percentual de 554% em relação à síntese da mesma amostra sem sementes.

Tabela 5.6 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo A a 1200ºC

	Mulita (%)	**Alumina (%)**	**Quartzo (%)**	**Hematita (%)**	**Cristobalita (%)**
1200-Bruta-A-S	2,2 ± 0,1	61,4 ± 0,4	22,9 ± 0,2	13,5 ± 0,1	–
1200-Bruta-A-C	14,8 ± 0,1	51,4 ± 0,4	19,9 ± 0,1	13,9 ± 0,2	–
1200-Desl-A-S	2,6 ± 0,1	71,1 ± 0,1	24,6 ± 0,2	1,7 ± 0,1	–
1200-Desl-A-C	17,0 ± 0,2	60,6 ± 0,1	20,6 ± 0,1	1,8 ± 0,1	–
1200-Sep mag-A-S	2,5± 0,1	69,2 ± 0,1	27,0 ± 0,1	1,3 ± 0,1	–
1200-Sep mag-A-C	16,3 ± 0,2	62,3 ± 0,2	20,2 ± 0,1	1,2 ± 0,1	–
1200-Ref S	2,3 ± 0,1	70,0 ± 0,3	27,7 ± 0,2	–	–
1200-Ref C	9,3 ± 0,2	64,8 ± 0,3	25,9 ± 0,2	–	–

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Entre as amostras sinterizadas a 1200 °C utilizando o resíduo B, a 1200-Sep Mag-B-C apresentou o maior teor de mulita (22,3%), conforme apresentado na Tabela 5.7. Além disso,

as amostras de referência apresentaram formação de mulita inferior às amostras contendo um dos resíduos, indicando que estes podem atuar auxiliando na reação de formação da fase.

Tabela 5.7 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo B a 1200ºC

	Mulita (%)	Alumina (%)	Quartzo (%)	Hematita (%)	Cristobalita (%)
1200-Bruta-B-S	1,5 ± 0,1	65,8 ± 0,3	22,2 ± 0,2	8,7 ± 0,1	1,8 ± 0,1
1200-Bruta-B-C	17,5 ± 0,2	53,4 ± 0,3	19,7 ± 0,1	8,3 ± 0,1	1,1 ± 0,1
1200-Desl-B-S	1,8 ± 0,1	70,7 ± 0,3	26,2 ± 0,2	1,3 ± 0,1	–
1200-Desl-B-C	20,0 ± 0,2	57,3 ± 0,3	21,3 ± 0,2	1,4 ± 0,1	–
1200-Sep mag-B-S	2,1 ± 0,1	70,1 ± 0,3	26,7 ± 0,2	1,1 ± 0,1	–
1200-Sep mag-B-C	22,3 ± 0,2	55,3 ± 0,3	20,5 ± 0,2	1,1 ± 0,1	0,8 ± 0,1
1200-Ref S	2,3 ± 0,1	70,0 ± 0,3	27,7 ± 0,2	–	–
1200-Ref C	9,3 ± 0,2	64,8 ± 0,3	25,9 ± 0,2	–	–

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

A sinterização a 1300ºC, apresentada nas Tabelas 5.8 e 5.9 resultou em aumento considerável na formação de mulita. A adição das sementes aumentou consideravelmente o teor dessa fase, em especial nas amostras que não continham resíduos, 1300-Ref S e 1300-Ref C, onde o teor de mulita foi de 19,5% sem o uso das sementes para 52,9% com as sementes, um aumento percentual de 171%.

Nessa temperatura, identificou-se uma formação maior de cristobalita, agora presente em todas as amostras contendo o resíduo B e nas amostras de referência, obtidas a partir do quartzo residual não convertido em mulita. Curvas de tempo-temperatura-transformação (TTT) do quartzo em cristobalita indicam que sua formação é possível a partir de 90 minutos a 1300ºC (BRENEMAN; HALLORAN, 2014; PAGLIARI *et al.*, 2013).

Tabela 5.8 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo A a 1300ºC

	Mulita (%)	Alumina (%)	Quartzo (%)	Hematita (%)	Cristobalita (%)
1300-Bruta-A-S	19,7 ± 0,1	54,4 ± 0,5	12,5 ± 0,2	13,4 ± 0,1	–
1300-Bruta-A-C	38,0 ± 0,3	36,6 ± 0,4	13,0 ± 0,1	12,4 ± 0,2	–
1300-Desl-A-S	21,0 ± 0,2	57,9 ± 0,4	19,5 ± 0,2	1,6 ± 0,1	–
1300-Desl-A-C	45,8 ± 0,3	37,4 ± 0,4	14,8 ± 0,1	2,0 ± 0,1	–
1300-Sep mag-A-S	21,1 ± 0,2	56,8 ± 0,4	21,0 ± 0,3	1,1 ± 0,1	–
1300-Sep mag-A-C	47,6 ± 0,4	36,7 ± 0,3	14,5 ± 0,1	1,2 ± 0,1	–
1300-Ref S	19,5 ± 0,2	58,5 ± 0,3	10,4 ± 0,2	–	11,6 ± 0,2
1300-Ref C	52,9 ± 0,4	33,4 ± 0,3	6,6 ± 0,2	–	7,1 ± 0,1

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Tabela 5.9 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo B a 1300ºC

	Mulita (%)	Alumina (%)	Quartzo (%)	Hematita (%)	Cristobalita (%)
1300-Bruta-B-S	23,1 ± 0,2	50,0 ± 0,3	16,0 ± 0,2	8.7 ± 0,1	2,2 ± 0,1
1300-Bruta-B-C	32,1 ± 0,2	42,6 ± 0,3	11,8 ± 0,1	8.3 ± 0,1	5,2 ± 0,1
1300-Desl-B-S	23,4 ± 0,2	55,3 ± 0,3	16,9 ± 0,2	1.7 ± 0,1	2,7 ± 0,1
1300-Desl-B-C	45,4 ± 0,3	37,7 ± 0,3	11,3 ± 0,2	1.3 ± 0,1	4,3 ± 0,1
1300-Sep mag-B-S	23,4 ± 0,1	55,7 ± 0,3	9,8 ± 0,2	1.1 ± 0,1	10,0 ± 0,1
1300-Sep mag-B-C	43,9 ± 0,2	38,9 ± 0,3	14,4 ± 0,2	0.9 ± 0,1	1,9 ± 0,1
1300-Ref S	19,5 ± 0,2	58,5 ± 0,3	10,4 ± 0,2	–	11,6 ± 0,2
1300-Ref C	52,9 ± 0,4	33,4 ± 0,3	6,6 ± 0,2	–	7,1 ± 0,1

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

A utilização do resíduo A resultou na ausência de cristobalita em quantidades detectáveis, diferentemente das amostras contendo o resíduo B e das amostras de referência. Essa distinção está relacionada à presença do potássio contido na estrutura da microclina, fase

presente somente no resíduo A, o qual atua como inibidor da cinética de formação da cristobalita. Esse comportamento é descrito na literatura por meio da análise de blocos refratários de sílica-alumina contendo K_2O em teores variando de 2,5% a 20,0%. Quando submetidos a 815 °C por 200 horas, as amostras com 2,5% de K_2O apresentaram picos de cristobalita, porém, a intensidade desses picos diminuiu progressivamente com o aumento do teor de K_2O e desapareceu completamente em composições contendo mais de 10%. Por outro lado, quando as amostras foram submetidas a 1200 ºC nas mesmas condições, não houve formação de cristobalita, independentemente do teor de K_2O (MCCUNE *et al.*, 1957).

As amostras sinterizadas a 1400 °C reforçam as observações anteriores: a presença das sementes promoveu significativamente a formação de mulita. Paralelamente, a cristobalita não foi detectada no resíduo A, corroborando os padrões observados nas temperaturas inferiores.

Tabela 5.10 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo A a 1400ºC

	Mulita (%)	**Alumina (%)**	**Quartzo (%)**	**Hematita (%)**	**Cristobalita (%)**
1400-Bruta-A-S	42,9 ± 0,4	31,3 ± 0,4	12,1 ± 0,2	13,7 ± 0,1	–
1400-Bruta-A-C	66,5 ± 0,4	14,6 ± 0,2	5,3 ± 0,1	13,6 ± 0,2	–
1400-Desl-A-S	48,5 ± 0,2	36,5 ± 0,4	13,4 ± 0,1	1,6 ± 0,1	–
1400-Desl-A-C	72,9 ± 0,4	18,2 ± 0,3	7,3 ± 0,1	1,6 ± 0,1	–
1400-Sep mag-A-S	49,2 ± 0,3	35,8 ± 0,4	14,0 ± 0,3	1,0 ± 0,1	–
1400-Sep mag-A-C	76,0 ± 0,4	16,4 ± 0,3	6,6 ± 0,1	1,0 ± 0,1	–
1400-Ref S	47,0 ± 0,2	38,6 ± 0,3	7,3 ± 0,2	–	7,1 ± 0,2
1400-Ref C	75,2 ± 0,4	17,8 ± 0,3	1,8 ± 0,2	–	5,2 ± 0,1

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Tabela 5.11 – Composição das amostras sinterizadas com o resíduo B a 1400ºC

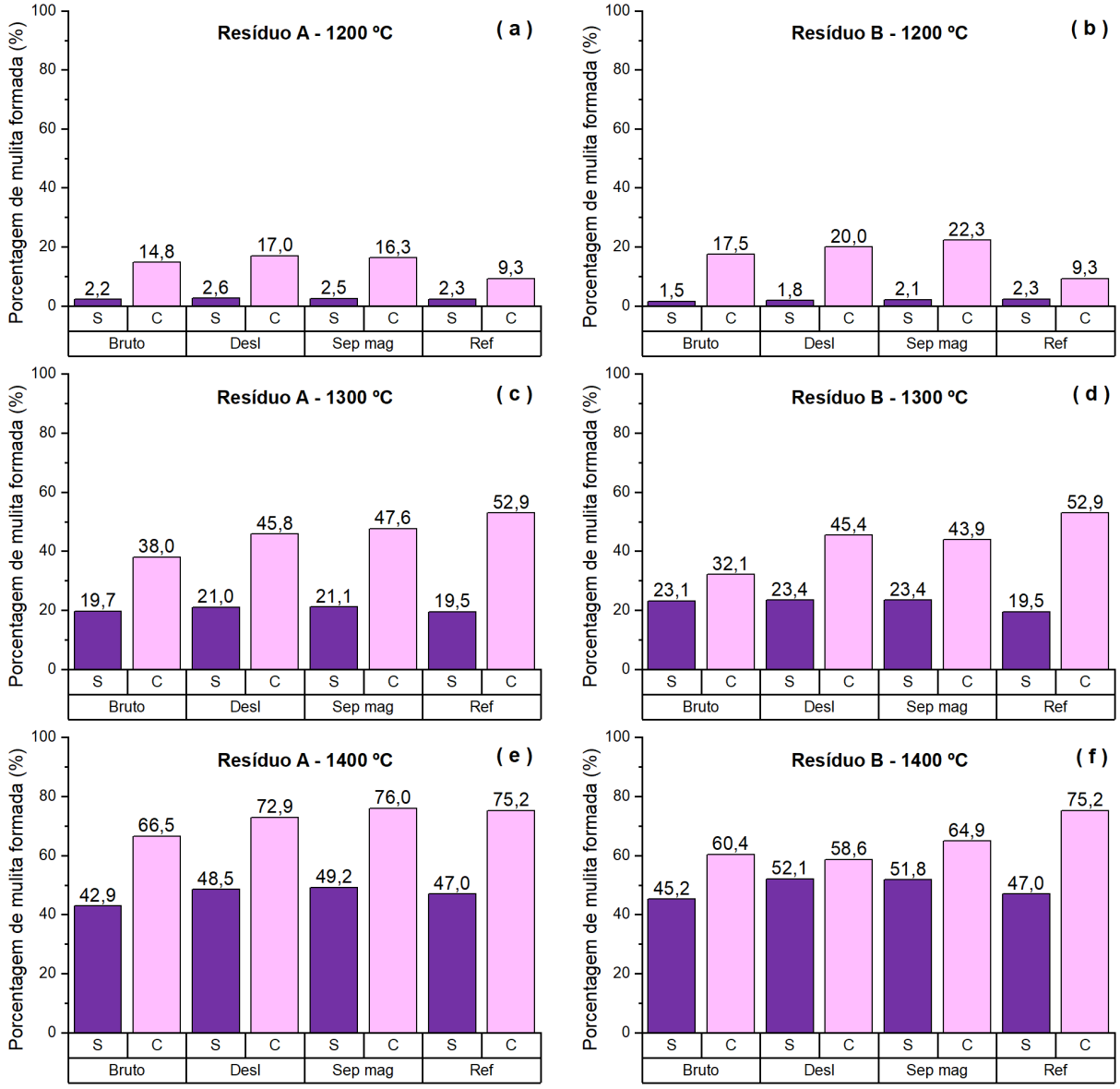
	Mulita (%)	Alumina (%)	Quartzo (%)	Hematita (%)	Cristobalita (%)
1400-Bruta-B-S	45,2 ± 0,3	33,5 ± 0,3	9,5 ± 0,2	8,3 ± 0,1	3,5 ± 0,1
1400-Bruta-B-C	60,4 ± 0,4	22,5 ± 0,3	4,7 ± 0,1	8,3 ± 0,1	4,1 ± 0,1
1400-Desl-B-S	52,1 ± 0,3	33,5 ± 0,3	6,5 ± 0,2	1,8 ± 0,1	6,1 ± 0,1
1400-Desl-B-C	58,6 ± 0,3	29,5 ± 0,3	5,0 ± 0,2	1,4 ± 0,1	5,5 ± 0,1
1400-Sep mag-B-S	51,8 ± 0,1	35,1 ± 0,3	4,7 ± 0,2	0,9 ± 0,1	7,5 ± 0,1
1400-Sep mag-B-C	64,9 ± 0,2	24,7 ± 0,3	5,8 ± 0,2	0,9 ± 0,1	3,7 ± 0,1
1400-Ref S	47,0 ± 0,2	38,6 ± 0,3	7,3 ± 0,2	–	7,1 ± 0,2
1400-Ref C	75,2 ± 0,4	17,8 ± 0,3	1,8 ± 0,2	–	5,2 ± 0,1

Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Um resumo da quantidade de mulita formada em todas as amostras, conforme as Tabelas 5.6 a 5.11, é apresentado nos gráficos da Figura 5.3. De modo geral, a formação de mulita foi intensificada pelo uso das sementes. Além disso, os melhores resultados foram obtidos com os resíduos submetidos a um maior número de etapas de beneficiamento. No entanto, o uso de ambos os resíduos A e B, após o processo de deslamagem e separação magnética, resultou em quantidades de mulita próximas à da amostra de referência. Destacam-se, ainda, as amostras sinterizadas a 1200 °C e a amostra 1400-Sep mag-A-C, que apresentaram teor de mulita superior ao de suas respectivas referências. Por outro lado, as amostras produzidas sem o uso de sementes obtiveram valores relativamente próximos entre si, indicando que a etapa de beneficiamento do resíduo, por si só, não influencia consideravelmente na quantidade de mulita formada.

Isso reforça as potencialidades do uso das sementes como uma forma de se obter mulita em maior quantidade, bem como o aproveitamento de resíduos da mineração de ferro como fonte de sílica para o sistema, visto que é possível obter uma composição semelhante à das peças produzidas com materiais de pureza comercial.

Figura 5.3 – Formação de mulita



Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

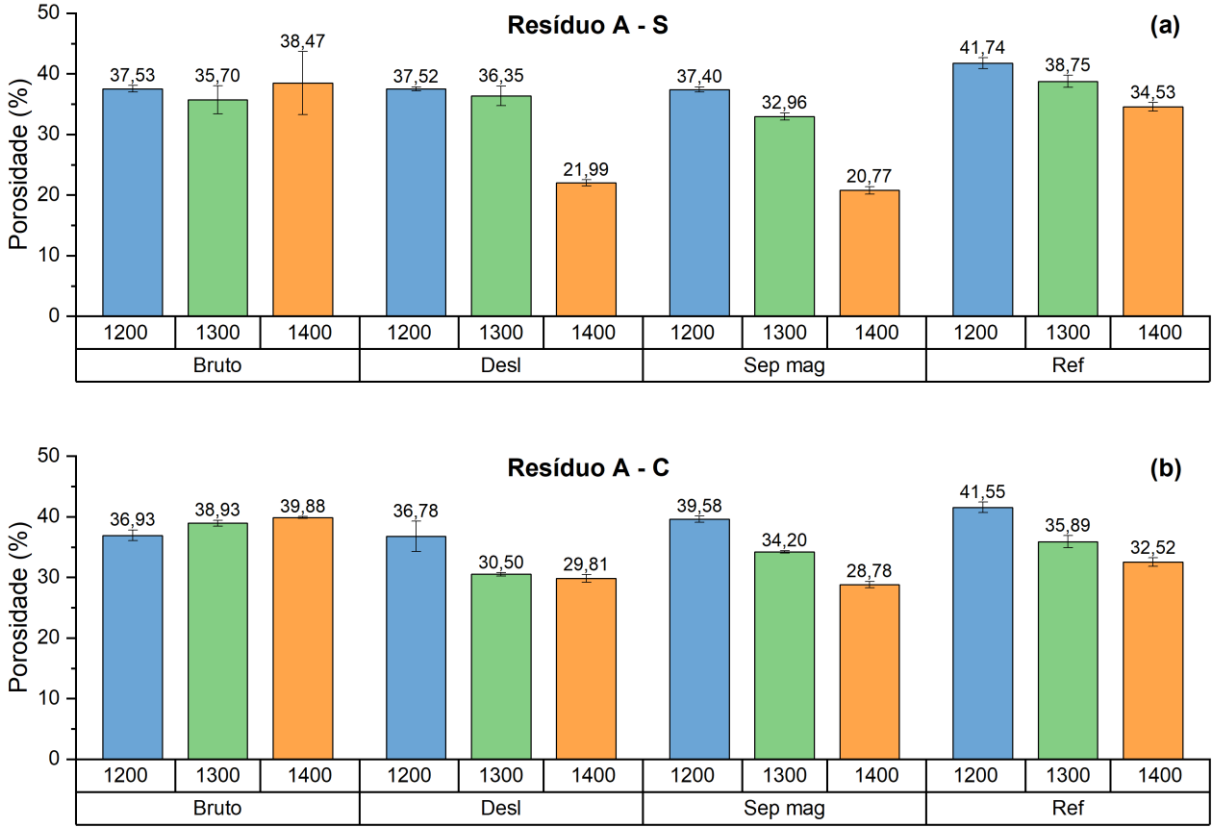
5.5 Ensaio de Densidade e Porosidade

A porosidade das amostras contendo os resíduos A e B está apresentada nas Figuras 5.4 e 5.5, respectivamente. Os valores da densidade aparente e teórica das amostras analisadas encontram-se nas Tabelas D.1, D.2 e D.3 do Apêndice D.

Em geral, a densidade aparente do resíduo A variou entre 2,13 e 2,69 g/cm^3, enquanto a teórica variou de 3,39 a 3,84 g/cm^3. O resíduo B, por sua vez, apresentou densidade aparente entre 2,16 e 2,52 g/cm^3 e teórica entre 3,32 e 3,84 g/cm^3.

A presença das sementes de mulita não afetou consideravelmente a porosidade das peças sinterizadas, mantendo os valores em geral próximos, com ou sem o uso de sementes. No caso do resíduo A bruto com e sem sementes (Bruto-A-C e Bruta-A-S), observou-se um comportamento anômalo: o aumento da temperatura de sinterização resultou, também, no aumento da porosidade. Uma das possíveis razões é que, devido ao teor relativamente baixo de quartzo neste resíduo, torna-se necessário adicionar uma maior quantidade desse material e, consequentemente, uma maior quantidade de impurezas, para atingir a proporção estequiométrica ideal para a formação da mulita. Essa interação das impurezas no sistema possibilitou alterações microestruturais que reduziram a densidade aparente das amostras. Este efeito foi observado na literatura, onde o aumento da concentração de compostos contendo K_2O promoveu redução da densidade aparente após sinterização a 1050 °C e 1100 °C (ÖZGÜL; SAVAŞÇIN; ÖZKAN, 2017).

Figura 5.4 – Porosidade das amostras com resíduo A

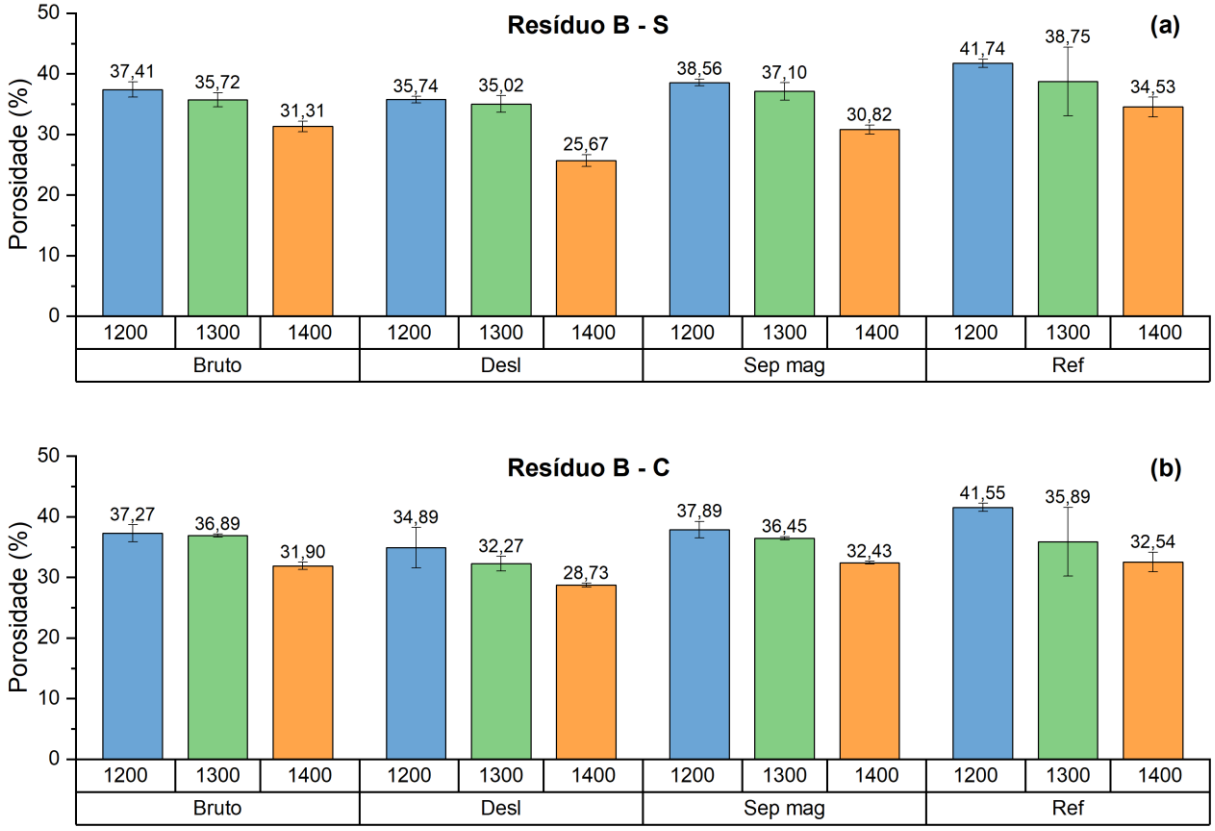


Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Observa-se que não houve diferença significativa entre a porosidade do resíduo A, B e da referência. Isso indica que a quantidade de mulita formada não é um fator determinante para a densidade e porosidade das peças sinterizadas, sendo a temperatura de sinterização e o tipo

de impurezas presentes os fatores mais relevantes. Porém, apesar de não ser um fator determinante, a conversão de quartzo e alumina em mulita resulta em redução volumétrica de 12,3%, considerando suas densidades teóricas, enquanto a transformação de quartzo em cristobalita apresenta redução de 14,2%.

Figura 5.5 – Porosidade das amostras com resíduo B



Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

5.6 Ensaio de Flexão

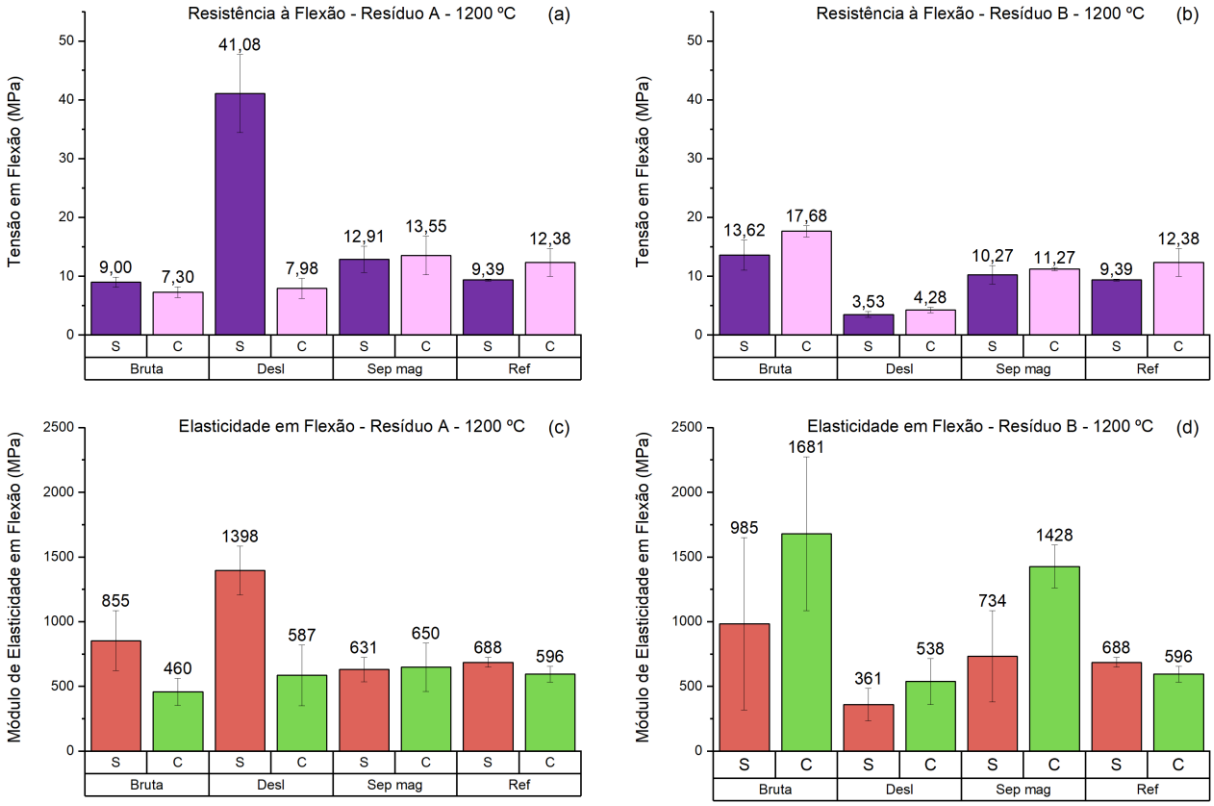
Os gráficos contendo o limite de resistência à flexão estão apresentados nas Figuras 5.6, 5.7 e 5.8 para as temperaturas de 1200ºC, 1300ºC e 1400ºC, respectivamente. Inicialmente, percebe-se que a quantidade de mulita presente nas amostras não possui uma relação linear com o desempenho mecânico, uma vez que muitas amostras apresentaram resistência superior na ausência de sementes, ou seja, com menor proporção de mulita formada. Além disso, as amostras contendo o resíduo A apresentaram, em geral, um desempenho mecânico superior às que utilizaram o resíduo B.

Para avaliar a relação entre a resistência à flexão e o módulo de elasticidade em flexão entre todas as amostras, foi conduzida uma análise estatística utilizando o coeficiente de

correlação de Pearson (r). Os resultados indicaram uma correlação linear positiva altamente significativa entre as duas variáveis ($r = 0,905$; $p < 0,001$; $n = 42$). O que sugere uma associação muito forte entre as propriedades nas condições experimentais analisadas. Portanto, as discussões aplicáveis a uma das propriedades podem ser estendidas à outra.

A partir da Figura 5.6, observa-se que a amostra 1200-Desl-A-S apresentou a maior resistência à flexão (41,08 MPa), enquanto a 1200-Desl-C registrou valor consideravelmente inferior (7,98 MPa). Essa discrepância decorre possivelmente de reações intermediárias durante a sinterização, associadas à presença de hematita e microclina nas concentrações específicas de 1,6% e 9,7%, respectivamente, resultando no elevado desempenho mecânico. Por outro lado, na amostra 1200-Desl-C, a adição de mulita atuou como inibidora dessas reações, comprometendo drasticamente as propriedades mecânicas.

Figura 5.6 – Resistência e rigidez à flexão a 1200ºC



Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Embora a amostra 1200-Desl-A-S tenha apresentado alto desempenho tanto em resistência quanto em rigidez, a ausência de resultados similares nas demais amostras sinterizadas a 1200 °C sugere que as condições que propiciaram esse desempenho são instáveis e de difícil reprodutibilidade. Essa variabilidade está associada à composição heterogênea dos

resíduos de mineração, mesmo quando provenientes da mesma região, o que introduz incertezas ao processo.

Diante disso, recomenda-se a realização de análises futuras para aprofundar a compreensão do fenômeno. Dentre elas, destacam-se análises térmicas e de caracterização microestrutural, bem como o uso de matérias-primas com maior pureza para estabelecer condições de contorno controladas e isolar os efeitos das impurezas naturais dos resíduos.

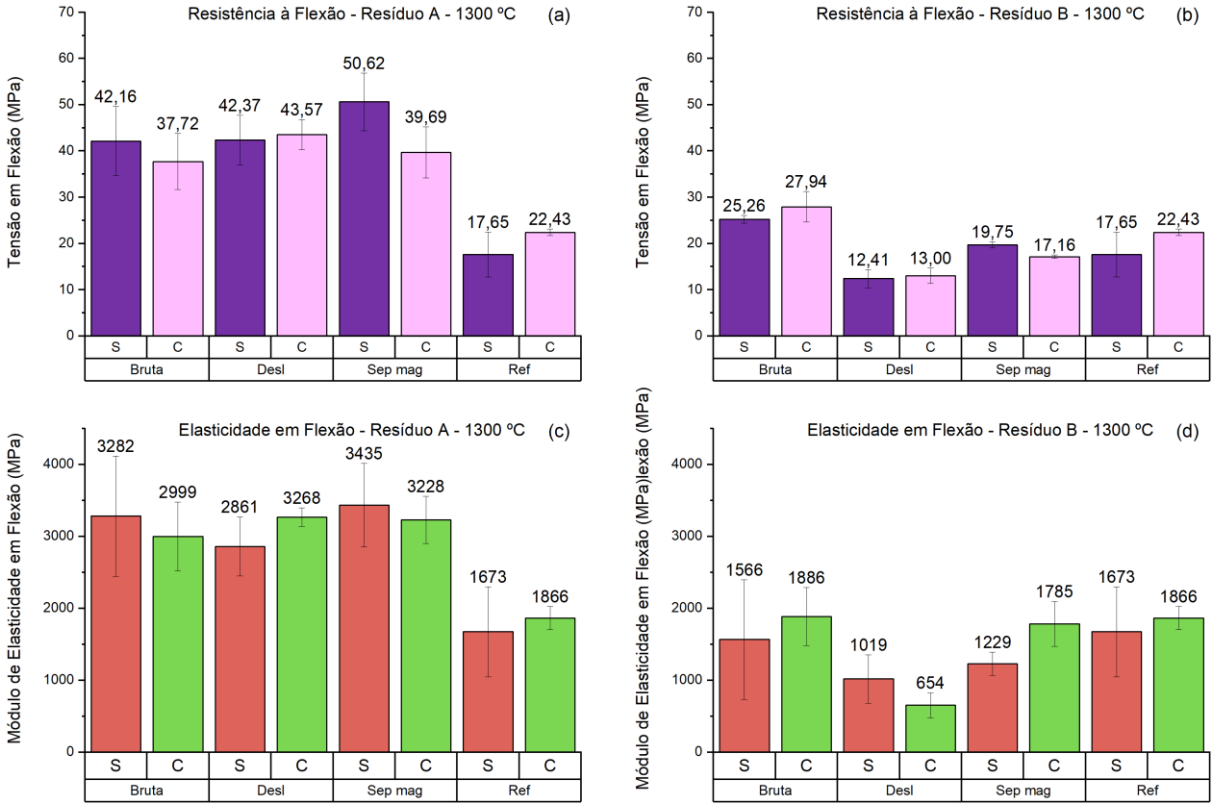
Embora a amostra 1200-Desl-A-S tenha apresentado as melhores propriedades mecânicas nessa temperatura de sinterização, o fenômeno inverso ocorreu nas amostras contendo o resíduo B na sua etapa deslamada (1200-Desl-B-S e 1200-Desl-B-C), que registraram o pior desempenho. Esse comportamento está possivelmente associado à granulometria relativamente alta desse resíduo, como visto na Tabela 5.1. Apesar de não alterar consideravelmente a porosidade do material, a maior granulometria fornece menos fronteiras de grãos, facilitando a propagação de trincas durante o ensaio mecânico e, consequentemente, diminuindo a resistência mecânica (HUANG *et al.*, 2023).

Em 1300ºC, apresentada na Figura 5.7, as amostras contendo o resíduo A apresentaram desempenho semelhante em todas as etapas de beneficiamento, e todas superando a referência. A presença das sementes e, consequentemente, de uma maior quantidade de mulita, em geral, não favoreceu o aumento da resistência à flexão. Sendo que as peças sem adição de sementes apresentaram, em geral, desempenho ligeiramente superior.

No caso do resíduo B, as peças produzidas a partir do resíduo bruto e após a separação magnética apresentaram desempenho semelhante à referência, enquanto o resíduo deslamado apresentou desempenho inferior, novamente devido à maior granulometria do resíduo.

Esses resultados indicam que a interação combinada das impurezas de hematita e microclina, em geral, aumentaram o desempenho mecânico das peças, e quando a microclina não estava presente, como é o caso do resíduo B, o desempenho pode ser considerado estatisticamente semelhante à referência.

Figura 5.7 – Resistência e rigidez à flexão a 1300ºC

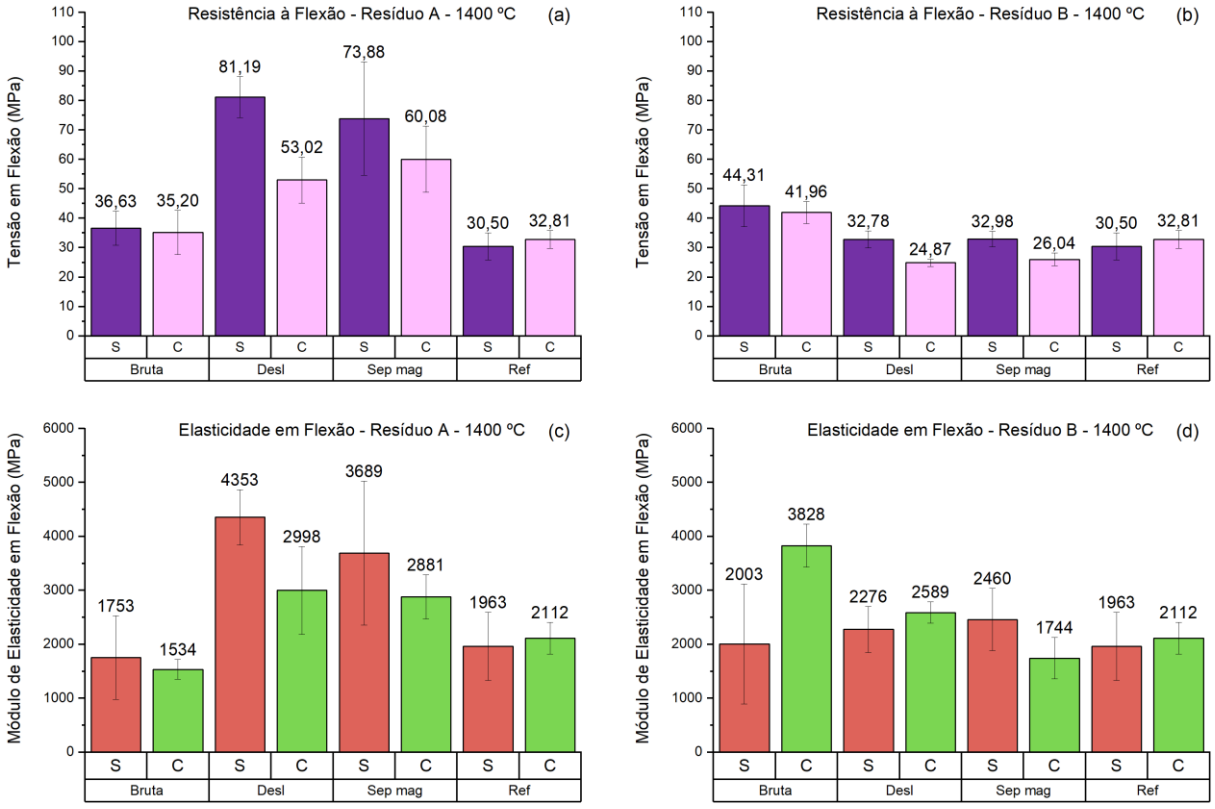


Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Em 1400 °C, obteve-se os maiores valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade em flexão, conforme apresentado na Figura 5.8. As amostras 1400-Desl-A-S apresentaram 81,19 MPa e 4353 MPa, enquanto as 1400-Sep Mag-A-S alcançaram 73,88 MPa e 3689 MPa, para resistência à flexão e módulo de elasticidade em flexão, respectivamente.

A influência das impurezas presentes no resíduo A sobre as propriedades mecânicas apresentou um comportamento não linear. Observou-se que as amostras contendo o resíduo bruto, com maior teor de impurezas, e a amostra de referência, isenta dessas impurezas, apresentaram desempenho mecânico semelhante, enquanto as amostras com teor intermediário de impurezas exibiram desempenho superior. Fenômeno parecido foi relatado na literatura, onde amostras contendo maior teor de resíduos sofreram redução na resistência à flexão com o aumento da temperatura de sinterização (CHEN *et al.*, 2013).

Figura 5.8 – Resistência e rigidez à flexão a 1400ºC



Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

A partir dos resultados de resistência à flexão obtidos nos ensaios, foi possível aplicá-los no modelo matemático previamente descrito na seção de materiais e métodos. A Tabela 5.6 apresenta os parâmetros ajustados por regressão exponencial, assim como os respectivos coeficientes de determinação (R^2).

Tabela 5.12 – Ajuste dos dados experimentais aos modelos teóricos

Modelo	Parâmetros	R^2
$\sigma = \sigma_0 e^{-BP}$	$\sigma_0 = e^{(5 \pm 1)}\ MPa \rightarrow \approx 148\ MPa$ $B = 8 \pm 3$	0,958
$E = E_0 e^{-BP}$	$E_0 = e^{(10.2 \pm 0.9)}\ MPa \rightarrow \approx 26{,}9\ GPa$ $B = 8 \pm 2$	0,994

Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Os coeficientes R^2 de ambas as regressões indicam um ajuste satisfatório aos modelos propostos, particularmente para o módulo de elasticidade em flexão. Porém, as incertezas dos

parâmetros, principalmente por se tratar de um modelo exponencial, podem ser consideradas relativamente altas. A tensão teórica do material sem porosidade variou entre 54,6 MPa e 403 MPa, enquanto o módulo de elasticidade em flexão apresentou variação de 10,9 GPa a 66,5 GPa. Sendo assim, embora o ajuste seja satisfatório e os valores sigam tendências reportadas na literatura (RYSHKEWITCH, 1953; SPRIGGS, 1961), a elevada incerteza dos parâmetros estatísticos limita a capacidade preditiva do modelo para condições não determinadas experimentalmente, restringindo sua aplicação à identificação de tendências com margens significativas de incerteza.

5.7 Ensaio de Difusividade Térmica

O resultado da difusividade térmica (α) das amostras sinterizadas a 1400 ºC com adição de sementes está apresentada na Tabela 5.7.

Tabela 5.13 – Difusividade térmica das amostras sinterizadas a 1400ºC com sementes

Amostras	α (10^{-6} $mm^2 \cdot s^{-1}$)	Número de medições
1400-Bruta-A-C	2,55 ± 0,01	45
1400-Desl-A-C	2,43 ± 0,13	36
1400-Sep mag-A-C	2,45 ± 0,11	38
1400-Ref-C	2,42 ± 0,09	35
1400-Bruta-B-C	1,60 ± 0,07	51
1400-Desl-B-C	2,09 ± 0,15	29
1400-Sep mag-B-C	1,81 ± 0,12	51

Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

As amostras apresentaram valores de difusividade térmica relativamente homogêneos, variando entre 1,60 e 2,55 × 10^{-6} $mm^2 \cdot s^{-1}$. Sendo que as amostras contendo o resíduo B apresentaram valores inferiores a referência, indicando que o resíduo B favoreceu as características refratárias das peças sinterizadas, enquanto as amostras contendo o resíduo A apresentaram desempenho relativamente próximo à referência. Estes resultados contrariam o reportado na literatura, onde tipicamente as impurezas reduzem as propriedades térmicas (CHOO *et al.*, 2019; MAGLIANO; PANDOLFELLI, 2010; PASK; SCHNEIDER, 2006).

Essa discrepância pode ser atribuída à combinação específica de composição e características microestruturais das amostras, considerando que a difusividade térmica é significativamente afetada pela porosidade (HIRATA *et al.*, 2017). Por fim, os resultados demonstram que a utilização de resíduos de mineração de ferro como fonte de sílica para produção de mulita pode gerar peças com propriedades mecânicas e térmicas comparáveis e, em alguns casos, superiores às obtidas com quartzo comercial de referência.

6 CONCLUSÃO

As etapas sucessivas de beneficiamento dos resíduos A e B da mineração de ferro demonstraram boa eficácia na remoção de impurezas, com redução de 81,3% de hematita no resíduo A e 72,1% no resíduo B. Entretanto, o teor de microclina presente no resíduo A aumentou após o beneficiamento.

O refinamento de Rietveld realizado nos dados experimentais obtidos pela DRX das sementes de mulita sinterizadas a 1600 °C, produzidas a partir de quartzo e alumina comerciais, indicaram um rendimento de 79,8% dessa fase. Considerando a adição de 5% em massa de sementes, estima-se que 1 kg desse material possa ser utilizado na produção de 16 kg de peças cerâmicas, relação favorável para aplicações em escala industrial.

Nas peças contendo resíduos, sinterizadas entre 1200 °C e 1400 °C, com e sem o uso das sementes, foram identificadas as fases mulita, alumina, quartzo, hematita e cristobalita. O uso das sementes aumentou a formação de mulita em até 733% em comparação às mesmas amostras sem sementes. Destaca-se ainda o efeito inibidor do K_2O na cinética de formação da cristobalita.

A porosidade das peças, em geral, ficou em torno de 38,38% (±2,20%) para as amostras sinterizadas a 1200ºC, 35,71% (±2,34%) a 1300 °C e 30,92% (±5,12%) a 1400 °C, valores adequados para aplicações refratárias. Além disso, não houve diferença significativa na porosidade entre os resíduos A e B.

Nos ensaios de resistência à flexão, o resíduo A apresentou desempenho geral superior ao resíduo B e à referência, tanto em resistência mecânica quanto em módulo de elasticidade em flexão. O resíduo B, por sua vez, apresentou desempenho similar ao da amostra de referência, indicando que a presença de hematita como impureza, por si só, não comprometeu de forma significativa as propriedades mecânicas das peças sinterizadas. Por fim, os ensaios de difusividade térmica revelaram que todas as amostras apresentaram valores na mesma ordem de grandeza. Em relação à referência, o resíduo B exibiu redução significativa de até 33,8%, enquanto o resíduo A manteve desempenho equivalente. Esses resultados indicam que a incorporação desses resíduos não compromete as propriedades térmicas do material, podendo, inclusive, ser favorável ao desempenho térmico.

Em geral, as amostras sinterizadas possuem potencial aplicação na produção de diversos componentes, incluindo suportes, cadinhos, revestimentos para fornos de recozimento, estufas e reatores para processos catalíticos.

Sendo assim, a produção de cerâmicas contendo mulita, utilizando resíduos da mineração de ferro e sementes para catalisar a formação dessa fase, se mostra uma alternativa economicamente viável e ambientalmente sustentável. Em especial, destaca-se o uso de resíduos contendo pequeno teor de microclina, considerando o melhor desempenho nas propriedades mecânicas, e a sinterização a 1400ºC com o uso das sementes e empregando o resíduo deslamado ou após a separação magnética de forma a maximizar a formação da fase mulita.

7 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Otimizar a rota adotada para a produção das cerâmicas contendo mulita.
- Avaliar o uso de resíduos da mineração de bauxita como fonte de alumina.
- Realizar ensaios de mecânicos de compressão e de condutividade térmica.
- Analisar a microestrutura das peças empregando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS).
- Realizar ensaios mecânicos de flexão em um número maior de amostras para determinar a resistência à fratura com base na distribuição estatística de Weibull.

REFERÊNCIAS

ABNT. **NBR 6502: Solos e rochas - Terminologia**. Rio de Janeiro, 2022. Disponível em: https://www.normas.com.br/visualizar/abnt-nbr-nm/7933/abnt-nbr6502-solos-e-rochas-terminologia. Acesso em: 15 abr. 2023.

ABNT. **NBR 6457: Solos - Preparação de amostras para ensaios de compactação, caracterização e determinação do teor de umidade**. Rio de Janeiro, 2024. Disponível em: https://www.normas.com.br/visualizar/abnt-nbr-nm/1963/abnt-nbr6457-solos-preparacao-de-amostras-para-ensaios-de-compactacao-caracterizacao-e-determinacao-do-teor-de-umidade. Acesso em: 12 abr. 2023.Norma técnica

ABNT. **NBR 7181: Solo - Análise granulométrica**. Rio de Janeiro, 2025. Disponível em: https://www.normas.com.br/visualizar/abnt-nbr-nm/1968/abnt-nbr7181-solo-analise-granulometrica. Acesso em: 12 abr. 2023.

ALMG. **Rompimento da barragem da Vale, em Brumadinho, completa quatro anos - Assembleia Legislativa de Minas Gerais**. Belo Horizonte: Assembleia Legislativa de Minas Gerais, 2023. Disponível em: https://www.almg.gov.br/comunicacao/noticias/arquivos/Rompimento-da-barragem-da-Vale-em-Brumadinho-completa-quatro-anos/. Acesso em: 13 jul. 2023.

ANA. **Relatório de segurança de barragens 2021**. Brasília: Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico, 2022. Disponível em: https://www.snisb.gov.br/relatorio-anual-de-seguranca-de-barragem/2021/rsb-2021.pdf. Acesso em: 26 jun. 2023.

ANDRADE, L. C. R. de. **Caracterização de rejeitos de mineração de ferro, in natura e segregados, para aplicação como material de construção civil**. 2014. Tese - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2014.Disponível em: https://www.locus.ufv.br/bitstream/123456789/6664/1/texto%20completo.pdf. Acesso em: 24 maio. 2023.

ANGGONO, J. Mullite Ceramics: Its Properties, Structure, and Synthesis. **Jurnal Teknik Mesin**, v. 7, n. 1, p. 1–10, 2005.

ANM. **Anuário mineral estadual: Minas Gerais anos base 2015-2016**. Brasília: Agência Nacional de Mineração, 2019. Anuário.Disponível em: https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/anuario-mineral/anuario-mineral-estadual/minas-gerais/anuario-mineral-estadual-minas-gerais-anos-base-2015-2016. Acesso em: 31 maio. 2023.

ANM. **Anuário mineral brasileiro: principais substâncias metálicas**. Brasília: Agência Nacional de Mineração, 2023. Anuário.Disponível em: https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/anuario-mineral/anuario-mineral-brasileiro/PreviaAMB2022.pdf. Acesso em: 25 maio. 2023.

ANM. **Barragens**. *[s. l.]*, 2025. Disponível em: https://www.gov.br/anm/pt-br/assuntos/barragens/barranges. Acesso em: 21 fev. 2025.

ASTM. **ASTM D422-63: Standard Test Method for Particle-Size Analysis of Soils**. American Society for Testing and Materials, , 2007. Disponível em: https://store.astm.org/standards/d422. Acesso em: 10 dez. 2023.

ASTM. **ASTM C1161-18: Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature**. American Society for Testing and Materials, , 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1520/C1161-13. Acesso em: 5 jan. 2024.

ASTM. **ASTM C20-00: Standard Test Methods for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water**. American Society for Testing and Materials, , 2022. Disponível em: https://www.astm.org/c0020-00r22.html. Acesso em: 31 dez. 2023.

ASTM. **ASTM C373-18: Standard Test Methods for Determination of Water Absorption and Associated Properties by Vacuum Method for Pressed Ceramic Tiles and Glass Tiles and Boil Method for Extruded Ceramic Tiles and Non-tile Fired Ceramic Whiteware Products**. American Society for Testing and Materials, , 2023. Disponível em: https://www.astm.org/c0373-18r23.html. Acesso em: 31 dez. 2023.

BARBOSA, P. G.; AGUILAR, M. T. P.; SALES, R. do B. C. Conforto térmico do ambiente construído, eficiência energética e difusividade térmica: um estudo interdisciplinar que envolve o Design. **Pensamentos em Design**, v. 1, n. 1, p. 95–102, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.36704/pensemdes.v1i1.5914

BELLIE, V.; SURESH, J.; RAGUNATH, L. HVOF Sprayed Mullite Coatings for Use In Extreme Environments. **Journal of Thermal Spray and Engineering**, v. 2, n. 1, p. 43–49, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.52687/2582-1474/212

BERGERON, C. G.; RISBUD, S. H. **Introduction to phase equilibria in ceramics**. Columbus, Ohio: American Ceramic Society, 1984.

BRASIL. **Política Nacional de Resíduos Sólidos**, 2010. Disponível em: https://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm. Acesso em: 19 jul. 2023.

BRASIL. **Caso Samarco: o desastre**. Brasília: Ministério Público Federal, 2023. Descrição de caso.Disponível em: https://www.mpf.mp.br/grandes-casos/caso-samarco/o-desastre. Acesso em: 13 jul. 2023.

BRENEMAN, R. C.; HALLORAN, J. W. Kinetics of Cristobalite Formation in Sintered Silica. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 97, n. 7, p. 2272–2278, 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1111/jace.12889

BROPHY, J. H.; ROSE, R. M.; WULFF, J. **Thermodynamics of structure**. 4. ed. New York: John Wiley & Sons, 1972. (Structure and Properties of Materials 2). v. 2.

BUFFONI, S. S. de O. **Tensões de Flexão nas Vigas**. Volta Redonda: Universidade Federal Fluminense, 2017. Disponível em: https://www.professores.uff.br/salete/wp-content/uploads/sites/111/2017/08/aula11.pdf. Acesso em: 5 jan. 2024.

BULAYANI, M. M.; RAGHUPATRUNI, P.; MAMVURA, T.; DANHA, G. Exploring Low-Grade Iron Ore Beneficiation Techniques: A Comprehensive Review. **Minerals**, v. 14, n. 8, p. 796, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.3390/min14080796

CACCIUTTOLO, C.; ATENCIO, E. Dry Stacking of Filtered Tailings for Large-Scale Production Rates over 100,000 Metric Tons per Day: Envisioning the Sustainable Future of Mine Tailings Storage Facilities. **Minerals**, v. 13, n. 11, p. 1445, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.3390/min13111445

CACCIUTTOLO, C.; CANO, D.; CUSTODIO, M. Socio-Environmental Risks Linked with Mine Tailings Chemical Composition: Promoting Responsible and Safe Mine Tailings Management Considering Copper and Gold Mining Experiences from Chile and Peru. **Toxics**, v. 11, n. 5, p. 462, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.3390/toxics11050462

CALLISTER, W. Jr.; RETHWISCH, D. **Ciência E Engenharia De Materiais - Uma Introdução**. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2020.

CAMARANO, D. das M.; SANTOS, A. M. M. D.; MANSUR, F. A. Effect of compaction pressure on the thermal conductivity of UO2-BeO-Gd2O3 pellets. **Brazilian Journal of Radiation Sciences**, v. 9, n. 2B (Suppl.), 2021. Disponível em: https://doi.org/10.15392/bjrs.v9i2B.1474. Acesso em: 6 mar. 2025.

CAMERON, W. E. Nonstoichiometry in sillimanite: Mullite compositions with sillimanite-type superstructures. **Physics and Chemistry of Minerals**, v. 1, n. 3, p. 265–272, 1977. Disponível em: https://doi.org/10.1007/BF00307567

CAO, X.; ZHAO, K.; WANG, L.; WANG, T.; WU, Y.; TANG, X.; BAI, J.; ZHANG, C.; LIU, L.; CAO, W.; ZHANG, G. Robust, thermally insulating, and high-temperature resistant phosphate-enhanced mullite fiber porous ceramic composites. **Ceramics International**, v. 50, n. 13, Part B, p. 23733–23743, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.04.097

CARMIGNANO, O.; VIEIRA, S.; TEIXEIRA, A. P.; LAMEIRAS, F.; BRANDÃO, P. R.; LAGO, R. Iron Ore Tailings: Characterization and Applications. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 0, n. 0, p. 1–17, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.21577/0103-5053.20210100

CARVALHO, F. A.; NOBRE, J. N. P.; CAMBRAIA, R. P.; SILVA, A. C.; FABRIS, J. D.; DOS REIS, A. B.; PRAT, B. V. Quartz Mining Waste for Concrete Production: Environment and Public Health. **Sustainability**, v. 14, n. 1, p. 389, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.3390/su14010389

CECHIN, L.; MYMRINE, V.; AVANCI, M. A.; POVALUK, A. E. Ceramics composites from iron ore tailings and blast furnace slag. **Ceramics International**, v. 48, n. 8, p. 10506–10515, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.12.260

CETEM. **Rompimento de barragem de rejeitos de mineração de ferro em Itabirito (MG) provoca mortes**. Rio de Janeiro: Centro de Tecnologia Mineral, 2016. Disponível em: http://verbetes.cetem.gov.br/Verbetes/ExibeVerbete.Aspx?Verid=209. Acesso em: 13 jul. 2023.

CHÁCARA, D. M. **Reologia de depósitos de rejeitos espessados de minério de ferro para estudos de dam break**. 2020. Dissertação - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2020.Disponível em: https://www.repositorio.ufop.br/handle/123456789/13003. Acesso em: 14 jun. 2023.

CHATTERJEE, B.; DAS, P. P. Nature of the Catalyst in the Decomposition of Carbon Monoxide in Presence of Iron. **Nature**, v. 173, n. 4413, p. 1046–1046, 1954. Disponível em: https://doi.org/10.1038/1731046a0

CHEN, G.; YANG, F.; ZHAO, S.; LI, K.; CHEN, J.; FEI, Z.; YANG, Z. Preparation of high-strength porous mullite ceramics and the effect of hollow sphere particle size on microstructure and properties. **Ceramics International**, v. 48, n. 13, p. 19367–19374, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.03.231

CHEN, Y.; ZHANG, Y.; CHEN, T.; LIU, T.; HUANG, J. Preparation and characterization of red porcelain tiles with hematite tailings. **Construction and Building Materials**, v. 38, 25th Anniversary Session for ACI 228 – Building on the Past for the Future of NDT of Concrete, p. 1083–1088, 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.06.056

CHEN, Z.; ZHANG, L.; CHENG, L.; XIAO, P.; DUO, G. Novel method of adding seeds for preparation of mullite. **Journal of Materials Processing Technology**, Lausanne, v. 166, n. 2, p. 183–187, 2005. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.07.105

CHOO, T. F.; MOHD SALLEH, M. A.; KOK, K. Y.; MATORI, K. A. A Review on Synthesis of Mullite Ceramics from Industrial Wastes. **Recycling**, v. 4, n. 3, p. 39, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.3390/recycling4030039

COSTA, G. R.; JÚNIOR, J. A. dos S.; OLIVEIRA, J. R. F.; GUIMARAES, G. Solução de um problema de multicamadas de condução de calor utilizando o método quadrupolo. *In*: **Ciências exatas e da terra: aprendizado, integração e necessidades do país**. Ponta Grossa: Atena, 2021. (2). p. 160–166. Disponível em: https://doi.org/10.22533/at.ed.61521140415. Acesso em: 6 mar. 2025.

DAN HIRLEMAN, E. Modeling of Multiple Scattering Effects in Fraunhofer Diffraction Particle Size Analysis. **Particle & Particle Systems Characterization**, v. 5, n. 2, p. 57–65, 1988. Disponível em: https://doi.org/10.1002/ppsc.19880050202

DAVILA, L. P.; RISBUD, S. H.; SHACKELFORD, J. F. Quartz and Silicas. *In*: SHACKELFORD, J. F.; DOREMUS, R. H. (org.). **Ceramic and Glass Materials: Structure, Properties and Processing**. Boston, MA: Springer US, 2008. p. 71–86. *E-book*. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-0-387-73362-3_5. Acesso em: 22 mar. 2025.

DE AZEVEDO, A. R. G.; MARVILA, M. T.; DE OLIVEIRA, M. A. B.; UMBUZEIRO, C. E. M.; HUAMAN, N. R. C.; MONTEIRO, S. N. Perspectives for the application of bauxite wastes in the development of alternative building materials. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 20, p. 3114–3125, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.08.092

DUVAL, D.; RISBUD, S.; SHACKELFORD, J. Mullite. *In*: **Ceramic and glass materials: structure, properties and processing**. 1. ed. New York: Springer New York, 2008. p. 27–39. *E-book*. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-0-387-73362-3_2. Acesso em: 12 abr. 2023.

ELBAKYAN, A. **“Emancipating knowledge”: Interview with Alexandra Elbakyan, the founder of Sci-Hub**. , 2020. Disponível em: https://textumdergi.net/emancipating-knowledge-interview-with-alexandra-elbakyan-the-founder-of-sci-hub/. Acesso em: 24 jul. 2023.

FONSECA, B. **Brasil registra mais de três acidentes em barragens por ano**. **Agência Pública**, 2019. Disponível em: https://apublica.org/2019/01/brasil-registra-mais-de-tres-acidentes-em-barragens-por-ano/. Acesso em: 13 jul. 2023.

FONTES, W. C.; FRANCO DE CARVALHO, J. M.; ANDRADE, L. C. R.; SEGADÃES, A. M.; PEIXOTO, R. A. F. Assessment of the use potential of iron ore tailings in the manufacture of ceramic tiles: From tailings-dams to “brown porcelain”. **Construction and Building Materials**, v. 206, p. 111–121, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.02.052

FRANK, H. T. **Sillimanita – Al2SiO5**. Rio Grande do SulUFRGS, , 2020. Disponível em: https://www.ufrgs.br/minmicro/Sillimanita.pdf. Acesso em: 14 mar. 2023.

FUCHS, K. Um mar de lama se repete. **Revista Cobertura**, p. 12–14, 2019.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaios dos Materiais**. 2º ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda., 2012.

GARCIA, F. F.; CAMILO COTRIM, C. F.; CARAMORI, S. S.; BAILÃO, E. F. L. C.; NABOUT, J. C.; DE FARIAS NEVES GITIRANA JUNIOR, G.; ALMEIDA, L. M. Mine tailings dams: failures: serious environmental impacts, remote solutions. **Environment, Development and Sustainability**, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s10668-024-04628-z. Acesso em: 20 fev. 2025.

GONÇALVES, G. E.; SABIONI, A. C. S.; FERRAZ, W. B.; COSTA, G. M. D.; BRITO, W. D.; DIAS, J. A.; GARCIA, F. A. D. C. Síntese e caracterização de mulita utilizando sílica obtida da casca de arroz. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 62, n. 3, p. 367–372, 2009. Disponível em: https://doi.org/10.1590/S0370-44672009000300016

GONG, L.; HUA, X.; YAO, B.; LIANG, J.; TIAN, G. Novel red composite pigment with high thermostability from iron ore tailings: Synthesis and coloring mechanism. **Ceramics International**, v. 49, n. 3, p. 5066–5076, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.10.021

GUIMARÃES, R. N.; MOREIRA, V. R.; CRUZ, J. R. A.; SALIBA, A. P. M.; AMARAL, M. C. S. History of tailings dam failure: Impacts on access to safe water and influence on the legislative framework. **Science of The Total Environment**, v. 852, p. 158536, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.158536

GUO HUISHI; CHEN WENLIANG; LI WENFENG; YANG JIALIN; QIN XIAOMEI; GUI YANGHAI; LIU YINGFAN; CAIHUO CAILIAO. Effects of sintering temperatures on microstructure and properties of mullite porous ceramics. **Refractories / Naihuo Cailiao**, v. 57, n. 1, p. 10–14, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.3969/j.issn.1001-2023.01.003

GUO, L. *et al.* Progress on high-temperature protective coatings for aero-engines. **Surface Science and Technology**, v. 1, n. 1, p. 6, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s44251-023-00005-6

HE, D.; JIAO, F.; ZHANG, R. Investigation on the Reliability of a Thermal Protection System Based on Mullite Fiber Insulation Tiles Coated with MoSi2-borosilicate Glass in an Aerothermal-Vibration Coupling Environment. **Applied Composite Materials**, 2025. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s10443-025-10307-7. Acesso em: 21 fev. 2025.

HIRATA, Y.; KINOSHITA, Y.; SHIMONOSONO, T.; CHAEN, T. Theoretical and experimental analyses of thermal properties of porous polycrystalline mullite. **Ceramics International**, v. 43, n. 13, p. 9973–9978, 2017. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.05.009

HOLM, J. L. On the energetics of the mullite solid-solution formation in the system Al2O3-SiO2. **Journal of Materials Science Letters**, v. 21, n. 20, p. 1551–1553, 2002. Disponível em: https://doi.org/10.1023/A:1020365209899

HUANG, J.; CHEN, H.; YANG, J.; ZHOU, T.; ZHANG, H. Effects of particle size on microstructure and mechanical strength of a fly ash based ceramic membrane. **Ceramics International**, v. 49, n. 10, p. 15655–15664, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.01.157

HUANG, T.; RAHAMAN, M. N.; MAH, T.-I.; PARTHASARATHAY, T. A. Anisotropic Grain Growth and Microstructural Evolution of Dense Mullite above 1550C. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 83, n. 1, p. 204–10, 2000. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01171.x

HYUN, D.-E.; JEON, J.-B.; LEE, Y.-S.; KIM, Y.-N.; KIM, M.; KO, S.; KOO, S.-M.; SHIN, W. H.; PARK, C.; LEE, D.-W.; OH, J.-M. Fabrication of Large-Area Mullite–Cordierite Composite Substrates for Semiconductor Probe Cards and Enhancement of Their Reliability. **Materials**, v. 15, n. 12, p. 4283, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.3390/ma15124283

IBICT. **Ciência por Brumadinho**. **Instituto Brasileiro de Informação em Ciência e Tecnologia**, 2023. Disponível em: http://brumadinho.ibict.br/entenda-o-desastre/. Acesso em: 13 jul. 2023.

IPEA. **Diagnóstico dos Resíduos Sólidos da Atividade de Mineração de Substâncias Não Energéticas**. Brasília: Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada, 2012. Relatório de Pesquisa.Disponível em: https://repositorio.ipea.gov.br/bitstream/11058/7702/1/RP_Diagn%C3%B3stico_2012.pdf. Acesso em: 12 jun. 2023.

JESUS, C. A. G. de; JOAQUIM, L. G. **Sumário Mineral Brasileiro 2018 - Ferro**. Brasília: ANM, 2018. Sumário.Disponível em: https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/sumario-mineral/sumario-mineral-brasileiro-2018. Acesso em: 10 jun. 2023.

JI, H.; MI, X.; TIAN, Q.; LIU, C.; YAO, J.; MA, S.; ZENG, G. Recycling of mullite from high-alumina coal fly ash by a mechanochemical activation method: Effect of particle size and mechanism research. **Science of The Total Environment**, v. 784, p. 147100, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.147100

KANKA, B.; SCHNEIDER, H. Aluminosilicate fiber/mullite matrix composites with favorable high-temperature properties. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 20, n. 5, p. 619–623, 2000. Disponível em: https://doi.org/10.1016/S0955-2219(99)00260-5

KHALIL, N. M.; ALGAMAL, Y. Recycling of Ceramic Wastes for the Production of High Performance Mullite Refractories. **Silicon**, v. 12, n. 7, p. 1557–1565, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s12633-019-00248-9

KOČÍ, J.; HAMÁČEK, J.; MACHÁČEK, J.; VAGENKNECHTOVÁ, A.; HLINČÍK, T. Effect of long-term high-temperature exposure in a controlled atmosphere on mullite-corundum ceramics for advanced applications in nuclear power technology. **Ceramics International**, v. 50, n. 13, Part B, p. 24273–24280, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.04.157

KONGKAJUN, N.; CHERDHIRUNKORN, B.; BORWORNKIATKAEW, W.; CHAKARTNARODOM, P. Utilization of aluminium buffing dust as a raw material for the production of mullite. **Journal of Metals, Materials and Minerals**, v. 29, n. 3, 2019. Disponível em: https://jmmm.material.chula.ac.th/index.php/jmmm/article/view/492. Acesso em: 14 jul. 2023.

KOSSOFF, D.; DUBBIN, W. E.; ALFREDSSON, M.; EDWARDS, S. J.; MACKLIN, M. G.; HUDSON-EDWARDS, K. A. Mine tailings dams: Characteristics, failure, environmental impacts, and remediation. **Applied Geochemistry**, v. 51, p. 229–245, 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2014.09.010

LARSON, A. C.; VON DREELE, R. B. **General Structure Analysis System (GSAS)**. Los Alamos: Los Alamos National Laboratory, 2000. Disponível em: https://www.ncnr.nist.gov/xtal/software/gsas.html. Acesso em: 15 out. 2023.

LI, L.; AUBERTIN, M. A general relationship between porosity and uniaxial strength of engineering materials. **Canadian Journal of Civil Engineering**, v. 30, n. 4, p. 644–658, 2003. Disponível em: https://doi.org/10.1139/l03-012

LI, N.; LV, S.; WANG, W.; GUO, J.; JIANG, P.; LIU, Y. Experimental investigations on the mechanical behavior of iron tailings powder with compound admixture of cement and nano-clay. **Construction and Building Materials**, v. 254, p. 119259, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119259

LIMA, L. K. S.; SILVA, K. R.; MENEZES, R. R.; SANTANA, L. N. L.; LIRA, H. L. Microstructural characteristics, properties, synthesis and applications of mullite: a review. **Cerâmica**, v. 68, n. 385, p. 126–142, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.1590/0366-69132022683853184

LIMA, R. M. F.; LUZ, J. A. M. da. Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 54, p. 155–159, 2001. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0370-44672001000200014

LIN, B.; LI, S.; HOU, X.; LI, H. Preparation of high performance mullite ceramics from high-aluminum fly ash by an effective method. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 623, p. 359–361, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.11.023

LIU, K.-C.; THOMAS, G.; CABALLERO, A.; MOYA, J. S.; DE AZA, S. Time-Temperature-Transformation Curves for Kaolinite-α-Alumina. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 77, n. 6, p. 1545–1552, 1994. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1994.tb09755.x

LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. **Tratamento de minérios**. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. *E-book*. Disponível em: http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/476. Acesso em: 19 jul. 2023.

MACÊDO, A. K. S.; DE OLIVEIRA, T. de C. M.; BRIGHENTI, L. S.; DOS SANTOS, H. B.; THOMÉ, R. G. Socio-environmental impacts on the Doce River basin, Brazil: a review from historic pollution to large disaster events. **International Journal of Environmental Science and Technology**, v. 21, n. 2, p. 2339–2356, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s13762-023-05350-5

MAGLIANO, M. V. M.; PANDOLFELLI, V. C. Mulitização em refratários utilizando diferentes fontes precursoras: revisão. **Cerâmica**, v. 56, n. 340, p. 368–375, 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1590/S0366-69132010000400009

MAILLET, D.; ANDRÉ, S.; BATSALE, J.-C.; DEGIOVANNI, A.; MOYNE, C. **Thermal Quadrupoles, Solving the heat equation through integral transforms**. *[S. l.: s. n.]*.

MCCUNE, S. E.; GREANEY, T. P.; ALLEN, W. C.; SNOW, R. B. Reaction Between K2O and Al2O3-SiO2 Refractories as Related to Blast-Furnace Linings. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 40, n. 6, p. 187–195, 1957. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1957.tb12601.x

MENDES, B. C.; PEDROTI, L. G.; FONTES, M. P. F.; RIBEIRO, J. C. L.; VIEIRA, C. M. F.; PACHECO, A. A.; AZEVEDO, A. R. G. de. Technical and environmental assessment of the incorporation of iron ore tailings in construction clay bricks. **Construction and Building Materials**, v. 227, p. 116669, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.08.050

MINAS GERAIS. **Plano Estadual de Mineração: Diagnóstico do Setor Mineral de Minas Gerais**. Instituto Brasileiro de Mineração, 2020. Disponível em: https://ibram.org.br/publicacoes/?txtSearch=PEM-MG#publication. Acesso em: 31 maio. 2023.

MINDAT. **Lechatelierite**. *[s. l.]*, 2025a. Repositório. Disponível em: https://www.mindat.org/min-2363.html. Acesso em: 15 fev. 2025.

MINDAT. **Mullite**. *[s. l.]*, 2025b. Repositório. Disponível em: https://www.mindat.org/min-2806.html. Acesso em: 20 fev. 2025.

MORAIS, C. A.; ALBUQUERQUE, R. O.; LADEIRA, A. C. Q. Processos Físicos e Químicos Utilizados na Indústria Mineral. **Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola**, v. 8, p. 9–17, 2014.

MOURÃO, J. M. **Aspectos conceituais relativos à pelotização de minérios de ferro**. 2. ed. Vitória: Blucher, 2022. *E-book*. Disponível em: https://www.blucher.com.br/aspectos-conceituais-relativos-a-pelotizacao-de-minerios-de-ferro-e-book-gratuito. Acesso em: 18 jul. 2023.

MUAN, A. Phase Equilibria at Liquidus Temperatures in the System Iron Oxide-Al2O3-SiO2 in Air Atmosphere. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 40, n. 4, p. 121–133, 1957. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1957.tb12588.x

NEWMAN, J. A.; SCHMITT, P. D.; TOTH, S. J.; DENG, F.; ZHANG, S.; SIMPSON, G. J. Parts per Million Powder X-ray Diffraction. **Analytical chemistry**, v. 87, n. 21, p. 10950–10955, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1021/acs.analchem.5b02758

ODA, S.; ABREU, V. H. S. de; FERNANDEZ, S. D. de S.; SÁ, T. S. W. Utilização de rejeitos de mineração na construção de pavimentos rodoviários. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 29, p. e20240142, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1590/1517-7076-rmat-2024-0142

OLIVEIRA, J. R. de; BARROS, J. B. de; FIOROTTI, R. A. **Processo de separação do minério de ferro contido em resíduos provenientes da extração e beneficiamento de minério de ferro**. Espírito Santo n. BR 10 2012 008758 8 A8. Concessão: abr. 2012.Inventors: _:n5928

ÖZGÜL, N. M.; SAVAŞÇIN, M. Y.; ÖZKAN, İ. Recycling of Coal Ash in Production of Low Density Masonry Unit. **Acta Physica Polonica A**, v. 132, n. 3, p. 430–432, 2017. Disponível em: https://doi.org/10.12693/APhysPolA.132.430

PAGLIARI, L.; DAPIAGGI, M.; PAVESE, A.; FRANCESCON, F. A kinetic study of the quartz–cristobalite phase transition. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 33, n. 15, p. 3403–3410, 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.06.014

PANDIARAJ, S.; SUBBAIYAN, D.; AYYASAMY, T.; NAGARAJAN, S. **Design, Development and Analysis of Mullite Catalytic Converter for CI Engines**. Warrendale, PA: SAE International, 2019. SAE Technical Paper.Disponível em: https://doi.org/10.4271/2019-28-0017. Acesso em: 21 fev. 2025.

PASK, J. A.; SCHNEIDER, H. Phase Equilibria and Stability of Mullite. *In*: SCHNEIDER, H.; KOMARNENI, S. (org.). **Mullite**. Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006. p. 227–249. *E-book*. Disponível em: https://doi.org/10.1002/3527607358.ch3. Acesso em: 13 jul. 2023.

PEDROSA, L. B.; SOARES, J. A.; DE BARROS, A. J.; DRUMOND FERREIRA, T. E.; MENDES DA CRUZ, T. V. Estudo de caso- comparativo dos métodos de disposição de rejeito de mineração no estado de minas Gerais – Brasil. **Observatorio de la Economía Latinoamericana**, n. 4, p. 3, 2019.

PIEKARSKI, B. Damage of heat-resistant castings in a carburizing furnace. **Engineering Failure Analysis**, v. 17, n. 1, Papers presented at the 25th meeting of the Spanish Fracture Group, p. 143–149, 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2009.04.011

PRABHU, T. R. Effect of bimodal size particles reinforcement on the wear, friction and mechanical properties of brake composites. **Tribology - Materials, Surfaces & Interfaces**, v. 10, n. 4, p. 163–171, 2016. Disponível em: https://doi.org/10.1080/17515831.2016.1262587

PROSTAKOVA, V.; SHISHIN, D.; SHEVCHENKO, M.; JAK, E. Thermodynamic optimization of the Al2O3–FeO–Fe2O3–SiO2 oxide system. **Calphad**, v. 67, p. 101680, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.calphad.2019.101680

REHAK, P.; KUNATH-FANDREI, G.; LOSSO, P.; HILDMANN, B.; SCHNEIDER, H.; JAEGER, C. Study of the Al Coordination in Mullites with Varying Al:Si Ratio by 27Al

NMR Spectroscopy and X-Ray Diffraction. **American Mineralogist**, v. 83, p. 1266–1276, 1998. Disponível em: https://doi.org/10.2138/am-1998-11-1215

RESTREPO, E.; VARGAS, F.; LÓPEZ, E.; BAUDÍN, C. The potential of La-containing spent catalysts from fluid catalytic cracking as feedstock of mullite based refractories. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 40, n. 15, p. 6162–6170, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.04.051

REZAIE, H.; RAINFORTH, W. M.; LEE, W. E. Mullite evolution in ceramics derived from kaolinite, kaolinite with added α-alumina, and sol-gel precursors. **British Ceramic Transactions**, 1997. Disponível em: https://www.semanticscholar.org/paper/Mullite-evolution-in-ceramics-derived-from-with-and-Rezaie-Rainforth/c291b71be18c4b334c6d2e9faee697cee02ae4a2. Acesso em: 18 fev. 2025.

ROMERO, M.; PADILLA, I.; CONTRERAS, M.; LÓPEZ-DELGADO, A. Mullite-Based Ceramics from Mining Waste: A Review. **Minerals**, v. 11, n. 3, p. 332, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.3390/min11030332

ROSA, D. D.; MAYORGA, C. Impactos psicossociais do rompimento da barragem da Samarco, Vale e BHP Billiton em Mariana/MG. **Barbarói**, n. 62, p. 72–91, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.17058/barbaroi.v62i2.17843

ROY, R.; DAS, D.; ROUT, P. K. A Review of Advanced Mullite Ceramics. **Engineered Science**, v. Volume 18 (June 2022), n. 11, p. 20–30, 2021.

RYSHKEWITCH, E. Compression Strength of Porous Sintered Alumina and Zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 36, n. 2, p. 65–68, 1953. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1953.tb12837.x

SACKS, M. D.; WANG, K.; SCHEIFFELE, G. W.; BOZKURT, N. Effect of Composition on Mullitization Behavior of α-Alumina/Silica Microcomposite Powders. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 80, n. 3, p. 663–672, 1997. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1997.tb02882.x

SAHAI, R.; MOGHANLOO, R. G. Proppant transport in complex fracture networks – A review. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 182, p. 106199, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106199

SARKAR, R. **Refractory Technology: Fundamentals and Applications**. New York: Taylor & Francis Group, 2016.

SCHNEIDER, H.; FISCHER, R. X.; SCHREUER, J. Mullite: crystal structure and related properties. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 98, n. 10, p. 2948–2967, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1111/jace.13817

SCHNEIDER, H.; SCHMÜKER, M.; MACKENZIE, K. J. D. Basic Properties of Mullite. *In*: SCHNEIDER, H.; KOMARNENI, S. (org.). **Mullite**. Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006. p. 141–225. *E-book*. Disponível em: https://doi.org/10.1002/3527607358.ch2. Acesso em: 13 jul. 2023.

SCHNEIDER, H.; SCHREUER, J.; HILDMANN, B. Structure and properties of mullite—A review. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, n. 2, p. 329–344, 2008. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.03.017

SEE, A.; HASSAN, J.; HASHIM, M.; WAHAB, Z. A. Thermal diffusivity of kaolinite–mullite ceramic matrix composite with silicon nitride nanoparticle filler. **Thermochimica Acta**, v. 593, p. 76–81, 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.08.022

SHORNIKOV, S.; ARCHAKOV, I.; SHULTZ, M. A Mass Spectrometric Study of the Thermodynamic Properties of Mullite. **Russian Journal of Physical Chemistry**, v. 77, n. 7, p. 1044–1050, 2003.

SOUZA, S. A. **Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos teóricos e práticos**. 5º ed. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1982.

SPRIGGS, R. M. Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 44, n. 12, p. 628–629, 1961. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1961.tb11671.x

TECNOLÓGICA, I. **Acidentes com barragens no Brasil têm números alarmantes**. **Site Inovação Tecnológica**, 2015. Disponível em: https://www.inovacaotecnologica.com.br/noticias/noticia.php?artigo=acidentes-barragens-brasil-tem-numeros-alarmantes&id=010175151127. Acesso em: 13 jul. 2023.

TERNERO, F.; ROSA, L. G.; URBAN, P.; MONTES, J. M.; CUEVAS, F. G. Influence of the Total Porosity on the Properties of Sintered Materials—A Review. **Metals**, v. 11, n. 5, p. 730, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.3390/met11050730

TOBY, B. H. EXPGUI, a graphical user interface for GSAS. **Journal of Applied Crystallography**, v. 34, n. 2, p. 210–213, 2001. Disponível em: https://doi.org/10.1107/S0021889801002242

TOBY, B. H. Rietveld refinement. **urn:isbn:978-1-118-41628-0**, v. H, p. 465–472, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1107/97809553602060000962

UFOP. **Mapa Geológico do Quadrilátero Ferrífero**. Ouro Preto: Departamento de Geologia da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, 2019. Escala 1:150.000. Disponível em: https://qfe2050.ufop.br/mapa-geologico-do-quadrilatero-ferrifero-2019. Acesso em: 20 fev. 2025.

USGS. **Mineral Commodity Summaries 2023**. Virginia: United States Geological Survey, 2023. Disponível em: https://pubs.usgs.gov/periodicals/mcs2023/mcs2023.pdf. Acesso em: 15 jun. 2023.

VIEIRA, S. C.; RAMOS, A. S.; VIEIRA, M. T. Mullitization kinetics from silica- and alumina-rich wastes. **Ceramics International**, v. 33, n. 1, p. 59–66, 2007. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2005.07.015

WHITWORTH, A. J.; FORBES, E.; VERSTER, I.; JOKOVIC, V.; AWATEY, B.; PARBHAKAR-FOX, A. Review on advances in mineral processing technologies suitable for

critical metal recovery from mining and processing wastes. **Cleaner Engineering and Technology**, v. 7, p. 100451, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.clet.2022.100451

WILSON, G. W. The new expertise required for designing safe tailings storage facilities. **Soils and Rocks**, v. 44, p. e2021067521, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.28927/sr.2021.067521

WU, L.; LI, C.; CHEN, Y.; WANG, C. Seed assisted in-situ synthesis of porous anorthite/mullite whisker ceramics by foam-freeze casting. **Ceramics International**, v. 47, n. 8, p. 11193–11201, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.244

YE, H.; LI, Y.; SUN, J. Kinetic study on the anisotropic grain growth of elongated iron-containing mullite. **Ceramics International**, v. 45, n. 10, p. 12934–12941, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.03.220

YESILAY, S. Investigation of the effects of red clay on the structural properties of chamotted clay bodies. **El-Cezeri**, v. 10, n. 3, p. 645–655, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.31202/ecjse.1336631

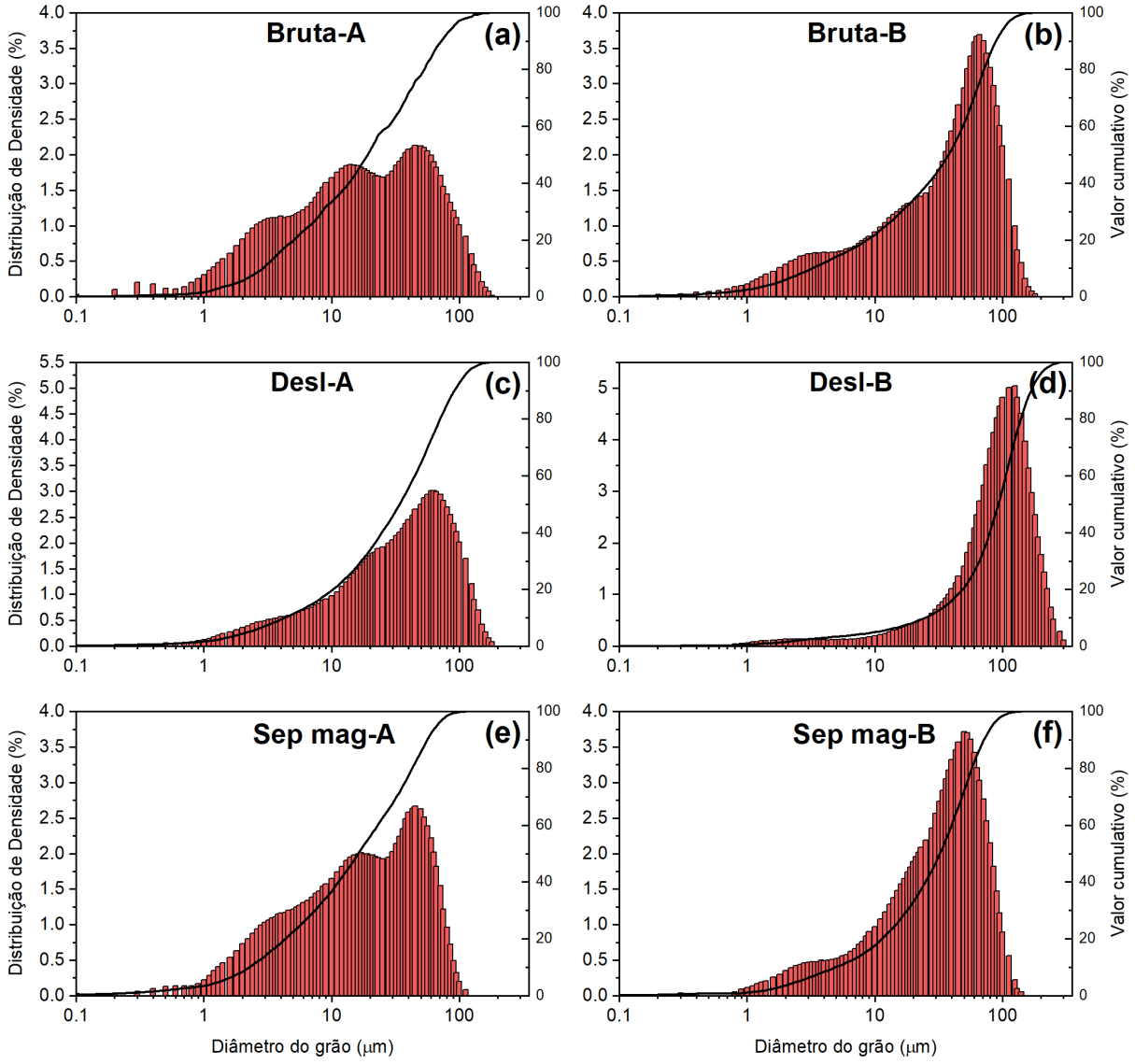
YU-MING, T.; PENG-FEI, Z.; XIANG-CHEN, K.; AI-PING, L.; KAI-YUE, W.; YUE-SHENG, C.; ZHAN-GANG, L.; DE-FU, L. V. The effect of sintering temperature on the structure and properties of corundum/mullite ceramics. **Science of Sintering**, v. 47, n. 3, p. 273–278, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.2298/SOS1503273Y

ZHANG, W.; MA, Q.; ZENG, K.; MAO, W. Performance Optimization of Sol-Derived C/Mullite Composites by Reducing the Sintering Shrinkage of Mullite Matrix. **Applied Composite Materials**, v. 31, n. 4, p. 1441–1455, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s10443-024-10227-y

APÊNDICE A – Distribuições granulométricas

A Figura A.1 apresenta as distribuições granulométricas dos resíduos A e B nas etapas de beneficiamento empregadas neste trabalho. A distribuição de densidade refere-se à porcentagem do resíduo presente em cada intervalo de diâmetro.

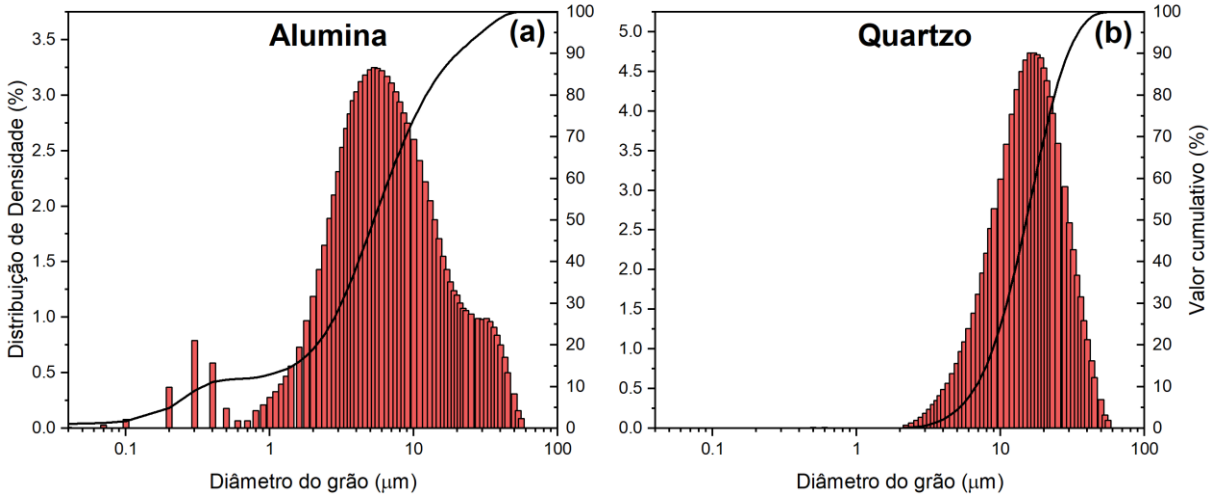
Figura A.1 – Distribuição granulométrica dos resíduos A e B



Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

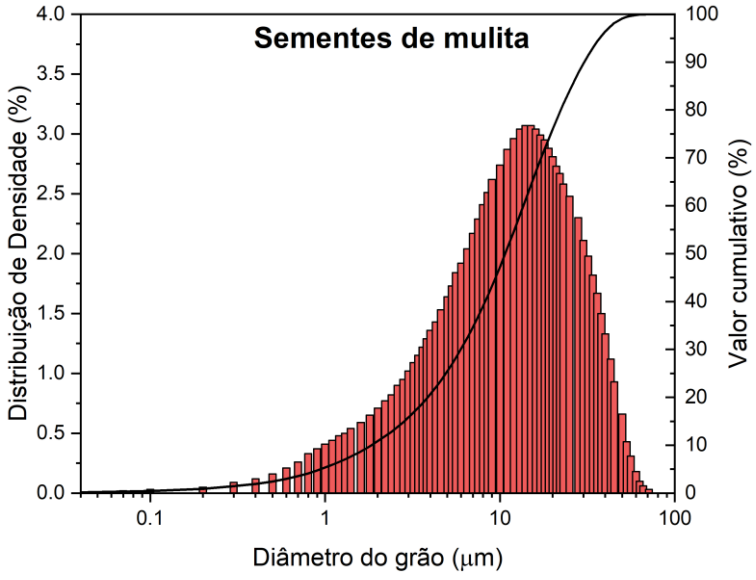
A Figura A.2 apresenta a distribuição granulométrica da alumina utilizada em todas as amostras, bem como do quartzo utilizado nas amostras de referência. Já a Figura A.3 mostra a distribuição granulométrica das sementes de mulita.

Figura A.2 – Distribuição granulométrica do quartzo e alumina comerciais



Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Figura A.3 – Distribuição granulométrica das sementes de mulita



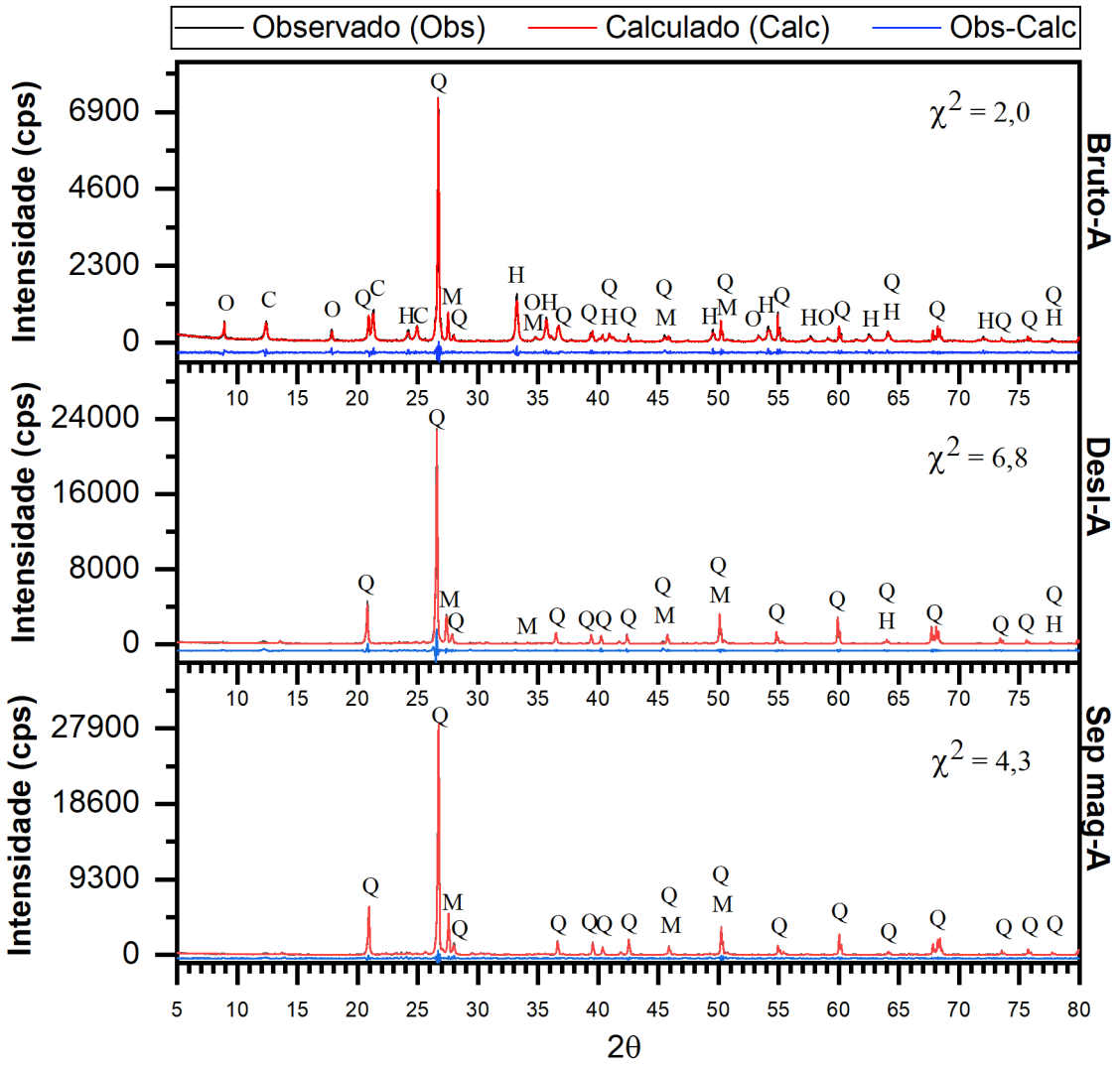
Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

APÊNDICE B – Difratogramas dos resíduos A e B em suas etapas de beneficiamento

A linha preta representa os resultados experimentais, enquanto a linha vermelha corresponde ao modelo obtido por meio do refinamento de Rietveld, levando em consideração as fases presentes. A linha azul, situada abaixo de zero no eixo vertical, indica a diferença entre os resultados observados e o modelo estabelecido.

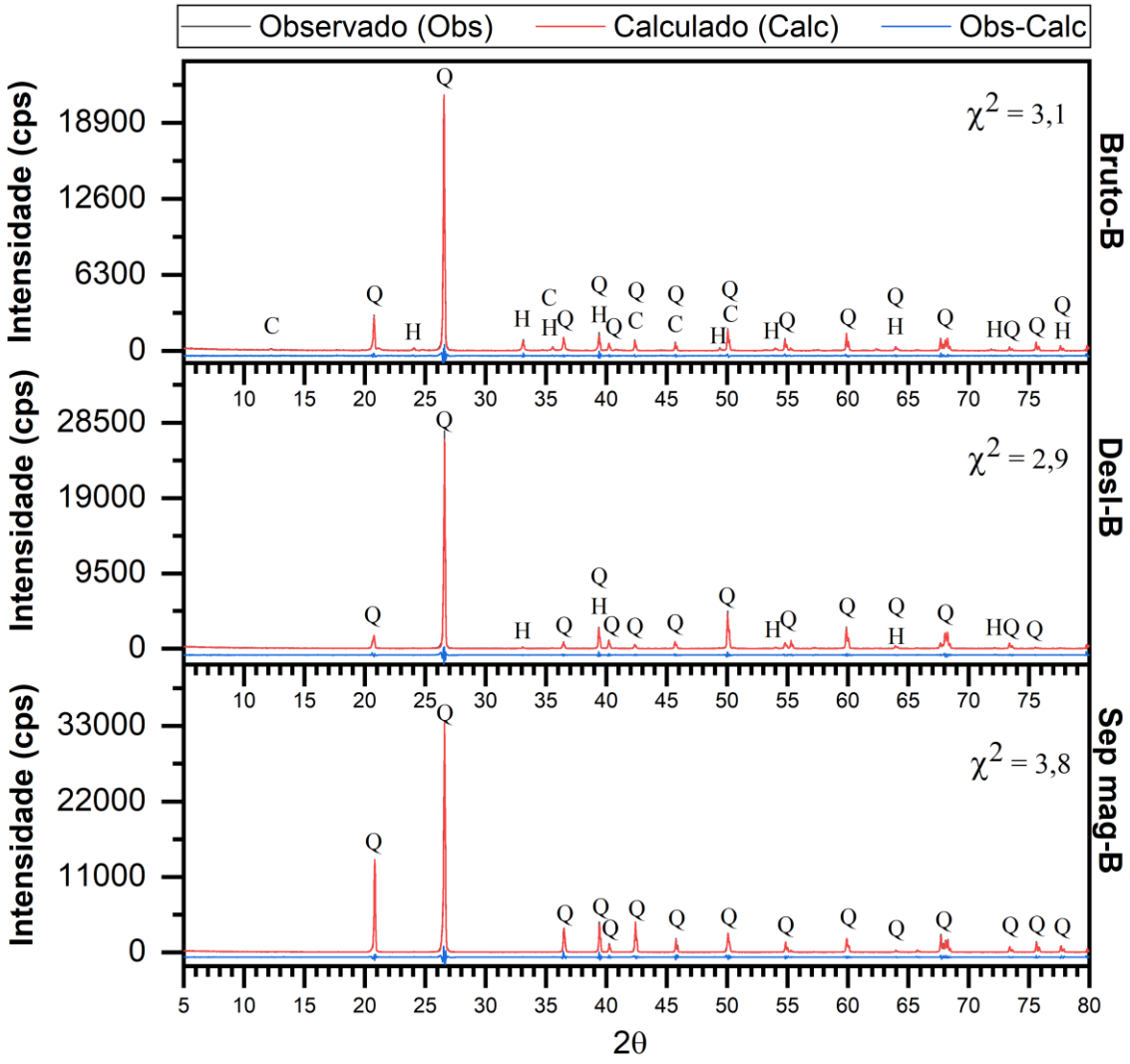
As siglas utilizadas para as fases identificadas são: Q para quartzo, H para hematita, C para caulinita, O para moscovita e M para microclina.

Figura B.1 – Difratogramas do resíduo A em suas etapas de beneficiamento



Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Figura B.2 – Difratogramas do resíduo B em suas etapas de beneficiamento

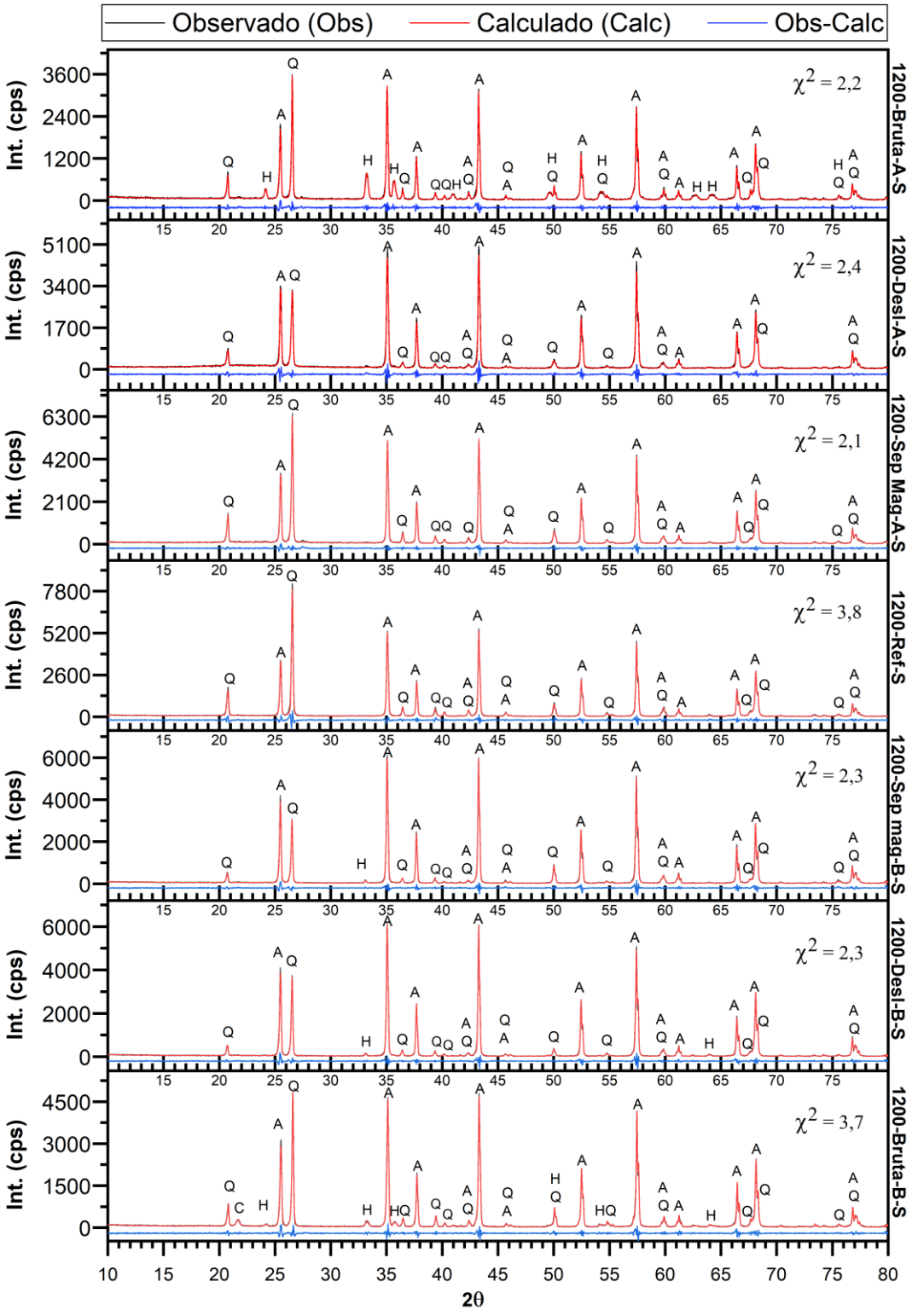


Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

APÊNDICE C – Difratogramas dos corpos de prova sinterizados

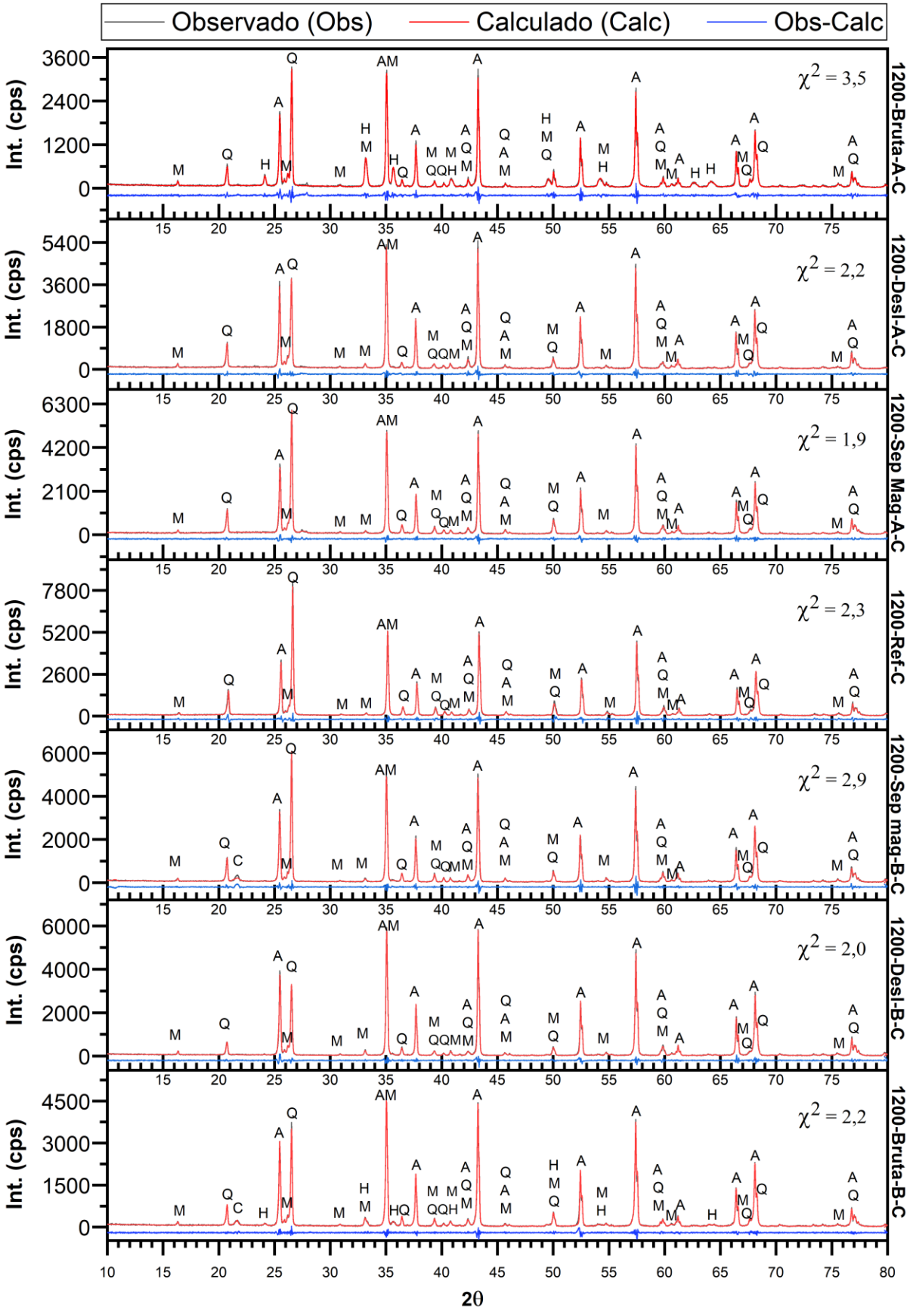
As siglas utilizadas para as fases identificadas são: M para mulita, A para alumina, Q para quartzo, H para hematita e C para cristobalita.

Figura C.1 – Amostras sinterizadas sem uso de sementes a 1200ºC



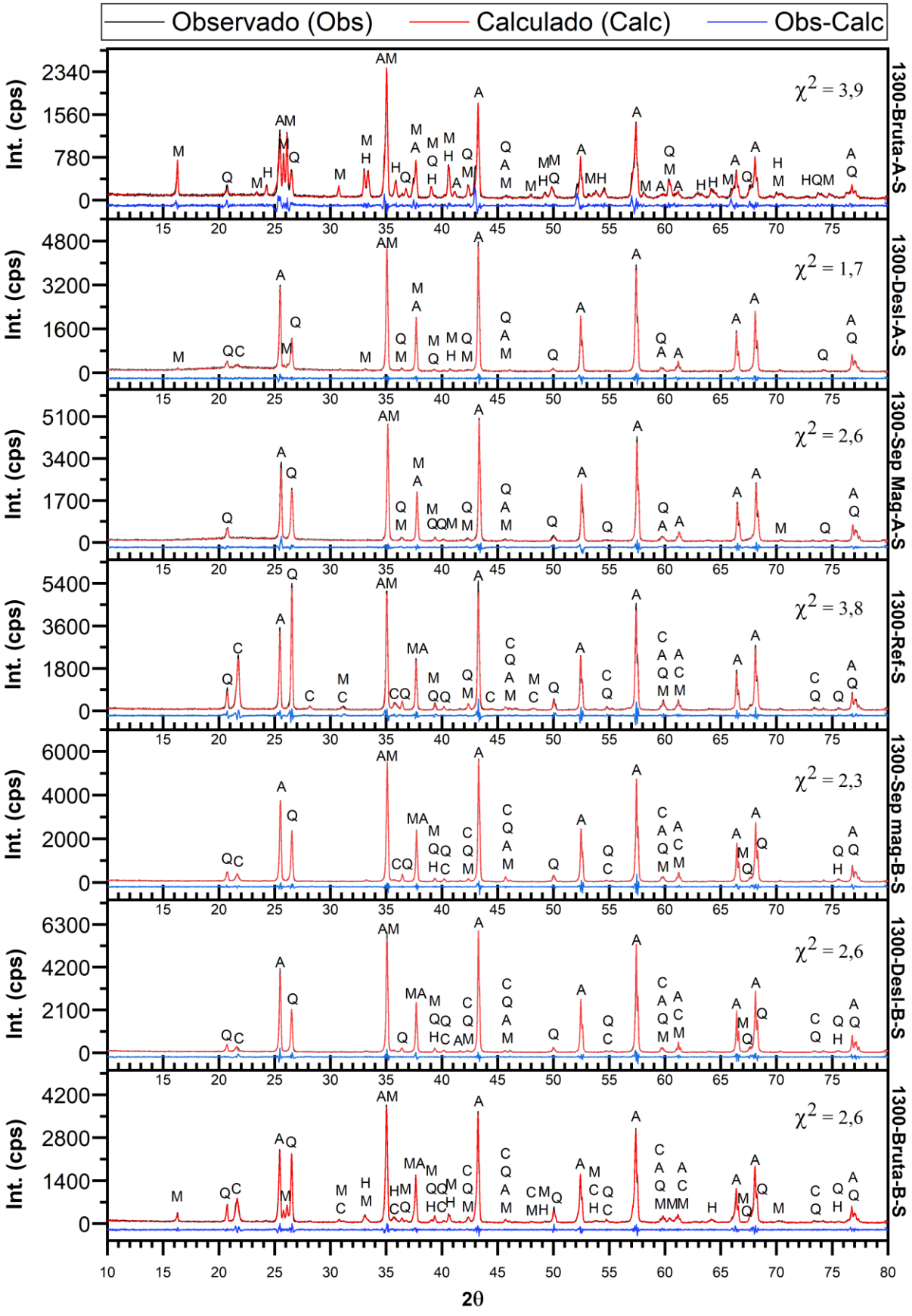
Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Figura C.2 – Amostras sinterizadas com uso de sementes a 1200ºC



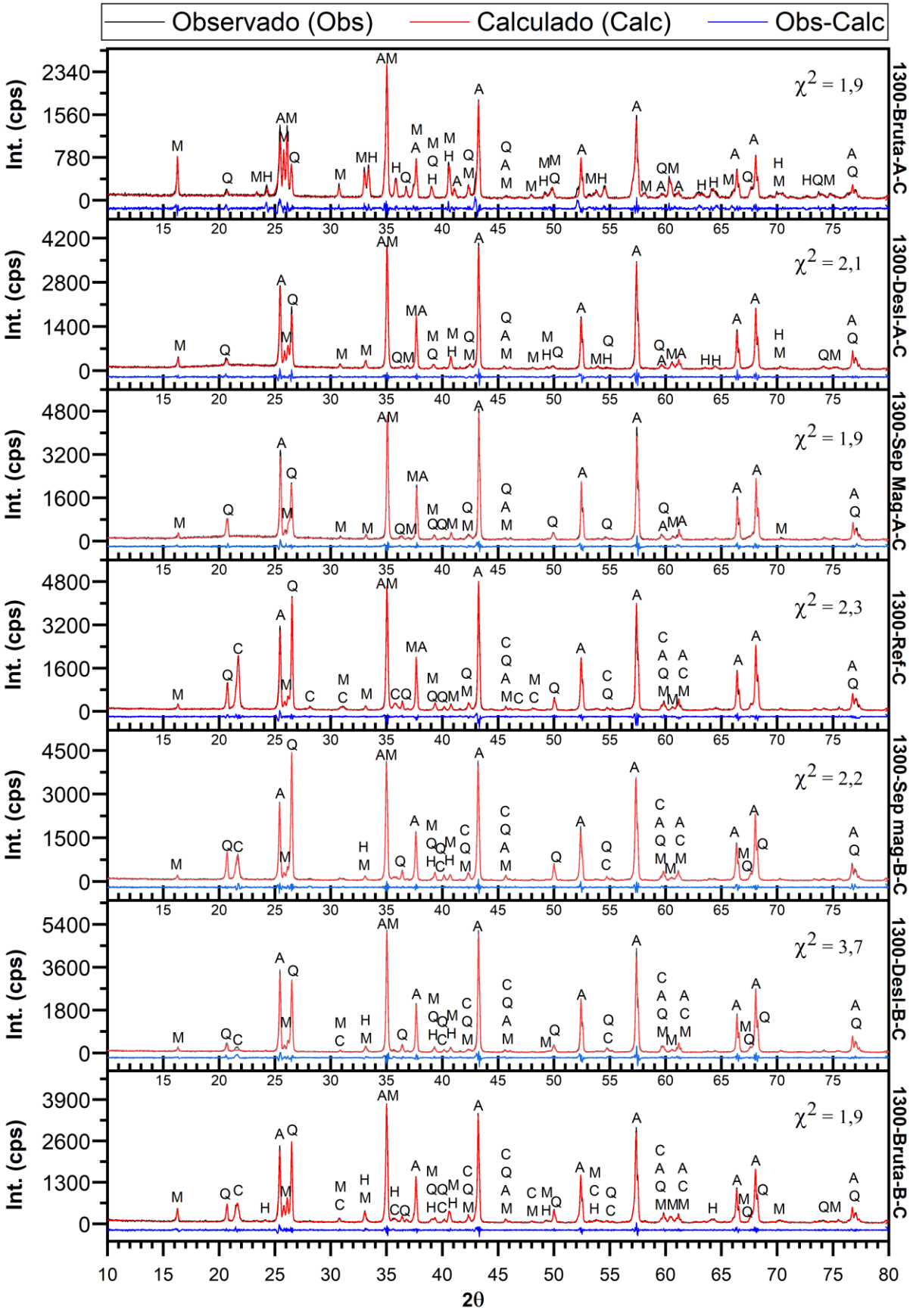
Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Figura C.3 – Amostras sinterizadas sem uso de sementes a 1300ºC



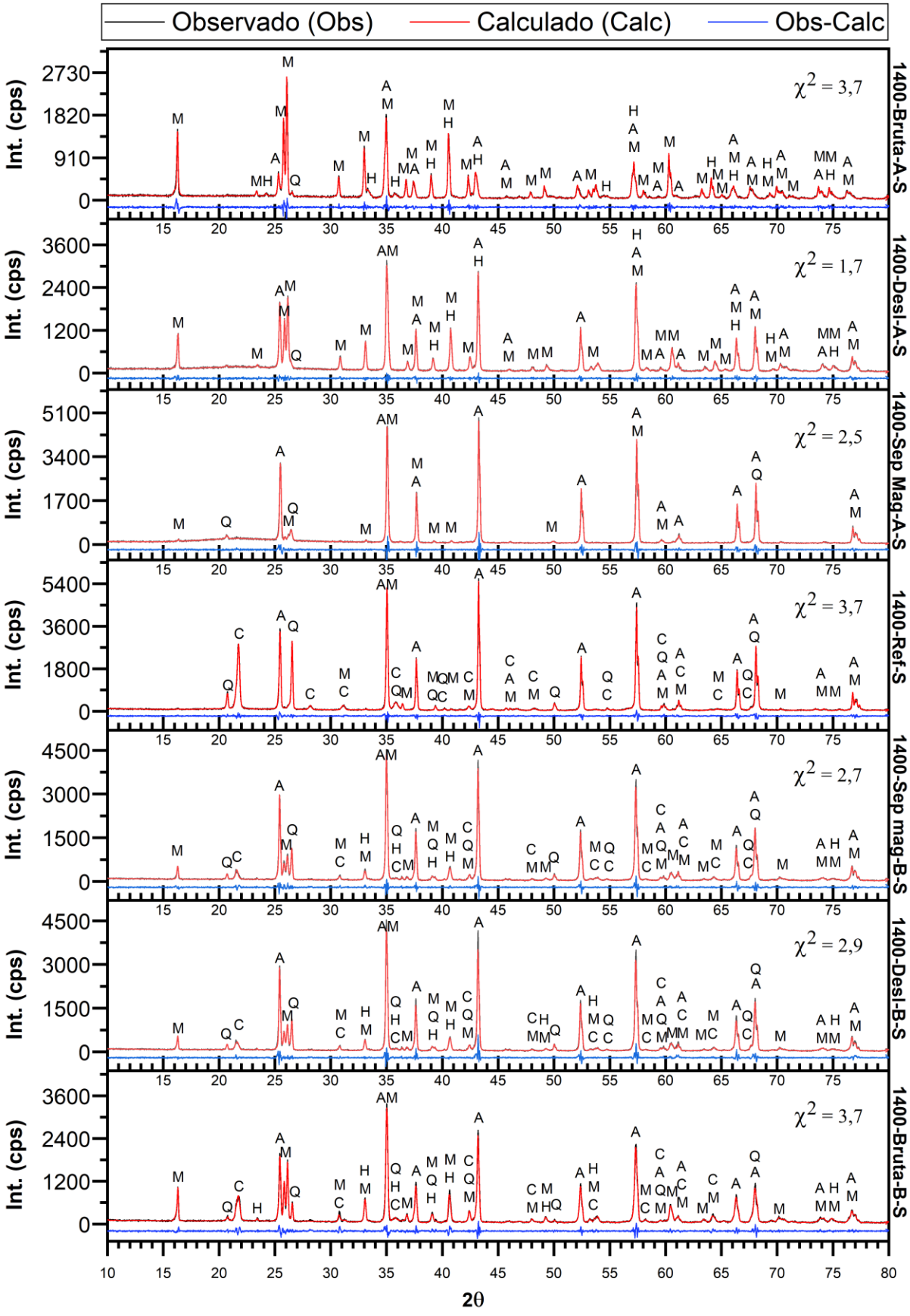
Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Figura C.4 – Amostras sinterizadas com uso de sementes a 1300ºC



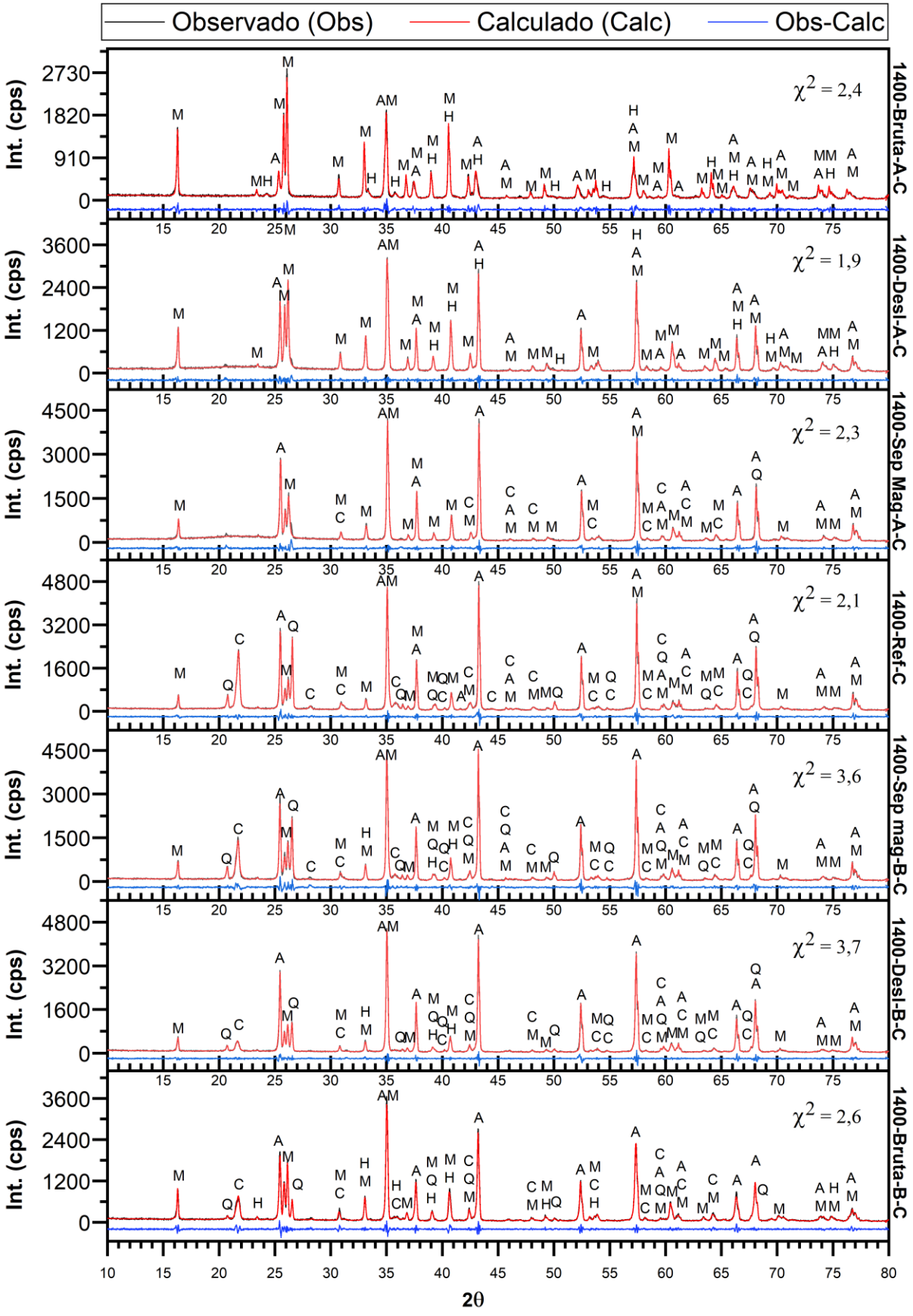
Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Figura C.5 – Amostras sinterizadas sem uso de sementes a 1400ºC



Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

Figura C.6 – Amostras sinterizadas com uso de sementes a 1400ºC



Fonte: Elaborado pelo autor (2024).

APÊNDICE D – Densidade bulk, teórica e porosidade dos corpos de prova

Quadro D.1 – Densidade bulk, teórica e porosidade dos corpos de prova a 1200ºC

Amostras	Resíduo A			Resíduo B		
	ρ_B (g/cm^3)	ρ_t (g/cm^3)	P_T (%)	ρ_B (g/cm^3)	ρ_t (g/cm^3)	P_T (%)
Bruta S	2,39 ± 0,01	3,83	37,53 ± 0,55	2,35 ± 0,03	3,75	37,41 ± 0,88
Bruta C	2,38 ± 0,01	3,77	36,93 ± 1,26	2,30 ± 0,05	3,66	37,27 ± 1,40
Desl S	2,28 ± 0,01	3,65	37,52 ± 0,31	2,33 ± 0,09	3,63	35,74 ± 2,49
Desl C	2,27 ± 0,01	3,59	36,78 ± 0,53	2,31 ± 0,12	3,55	34,89 ± 3,35
Sep Mag S	2,26 ± 0,01	3,61	37,40 ± 0,43	2,22 ± 0,02	3,62	38,56 ± 0,51
Sep Mag C	2,17 ± 0,01	3,59	39,58 ± 0,56	2,19 ± 0,05	3,52	37,89 ± 1,35
Ref S	2,09 ± 0,01	3,59	41,74 ± 0,88	2,09 ± 0,01	3,59	41,74 ± 0,88
Ref C	2,08 ± 0,01	3,56	41,55 ± 0,67	2,08 ± 0,01	3,56	41,55 ± 0,67

Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Quadro D.2 – Densidade bulk e porosidade dos corpos de prova a 1300ºC

Amostras	Resíduo A			Resíduo B		
	ρ_B (g/cm^3)	ρ_t (g/cm^3)	P_T (%)	ρ_B (g/cm^3)	ρ_t (g/cm^3)	P_T (%)
Bruta S	2,46 ± 0,09	3,83	35,70 ± 2,30	2,35 ± 0,02	3,65	35,78 ± 0,51
Bruta C	2,23 ± 0,04	3,66	38,93 ± 1,17	2,26 ± 0,01	3,58	36,89 ± 0,26
Desl S	2,27 ± 0,06	3,57	36,35 ± 1,61	2,30 ± 0,01	3,54	35,02 ± 0,27
Desl C	2,38 ± 0,05	3,43	30,50 ± 1,39	2,30 ± 0,04	3,40	32,27 ± 1,20
Sep Mag S	2,37 ± 0,02	3,54	32,96 ± 0,57	2,20 ± 0,01	3,50	37,10 ± 0,21
Sep Mag C	2,24 ± 0,05	3,41	34,20 ± 1,43	2,16 ± 0,01	3,41	36,45 ± 0,26
Ref S	2,13 ± 0,03	3,48	38,75 ± 0,98	2,13 ± 0,03	3,48	38,75 ± 0,98
Ref C	2,14 ± 0,19	3,34	35,89 ± 5,66	2,14 ± 0,19	3,34	35,89 ± 5,66

Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Quadro D.3 – Densidade bulk e porosidade dos corpos de prova a 1400ºC

Amostras	Resíduo A			Resíduo B		
	ρ_B (g/cm^3)	ρ_t (g/cm^3)	P_T (%)	ρ_B (g/cm^3)	ρ_t (g/cm^3)	P_T (%)
Bruta S	2,24 ± 0,19	3,64	38,47 ± 5,19	2,42 ± 0,01	3,53	31,31 ± 0,14
Bruta C	2,13 ± 0,03	3,54	39,88 ± 0,88	2,36 ± 0,02	3,46	31,90 ± 0,62
Desl S	2,67 ± 0,02	3,42	21,99 ± 0,52	2,52 ± 0,02	3,38	25,67 ± 0,64
Desl C	2,32 ± 0,03	3,30	29,81 ± 0,97	2,39 ± 0,01	3,36	28,73 ± 0,31
Sep Mag S	2,69 ± 0,02	3,40	20,77 ± 0,63	2,33 ± 0,02	3,37	30,82 ± 0,53
Sep Mag C	2,34 ± 0,02	3,28	28,78 ± 0,74	2,24 ± 0.01	3,32	32,43 ± 0.20
Ref S	2,21 ± 0,02	3,37	34,53 ± 0,71	2,21 ± 0,02	3,37	34,53 ± 0,71
Ref C	2,19 ± 0,05	3,25	32,52 ± 1,63	2,19 ± 0,05	3,25	32,54 ± 1,63

Fonte: Elaborado pelo autor (2025).