



## CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE COMPOSTOS DE SILICATO DE CÁLCIO HIDRATADO SINTETIZADOS A PARTIR DE CINZAS FGD: UMA ABORDAGEM COM FTIR, TGA/DTG E MEV/EDS

Raquel R. Alcântara-Domingos<sup>1</sup>; Danilo L. C e Silva<sup>1</sup>; Denise A. Fungaro<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária – CEP 05508-000 São Paulo – SP – Brasil.  
Irreisa@hotmail.com

**Palavras-Chave:** Compostos C-S-H, Cinzas FGD, Resíduo Industrial.

### Introdução

A crescente geração de resíduos industriais tem motivado o desenvolvimento de estratégias voltadas à sua reutilização dentro dos princípios da economia circular. Entre esses resíduos, as cinzas FGD (sigla do Inglês *Flue Gas Desulfurization*) se destacam por sua abundância e composição rica em cálcio e enxofre, resultantes do processo de dessulfurização dos gases de combustão em usinas termelétricas. A disposição inadequada desse material pode representar risco ambiental significativo, tornando urgente a busca por rotas tecnológicas que viabilizem sua reutilização de forma segura e funcional (WANG *et al.*, 2020).

Nesse contexto, os silicatos de cálcio hidratado (C-S-H) têm sido amplamente estudados devido à sua capacidade de imobilizar elementos tóxicos, à estrutura cristalina versátil e à elevada área superficial, características que os tornam promissores para aplicações ambientais, especialmente em processos de adsorção (TAYLOR, 1997; LI *et al.*, 2017). Em trabalho anterior, foi demonstrada a viabilidade de síntese de compostos C-S-H a partir de cinzas FGD por meio de uma rota que envolveu fusão alcalina seguida de hidratação em meio aquoso, resultando predominantemente na formação de tobermorita com elevada cristalinidade (ALCÂNTARA-DOMINGOS e FUNGARO, 2025). A otimização das condições experimentais permitiu a obtenção de um material estável e com potencial para aplicação na remoção de íons metálicos de soluções contaminadas.

Os resultados evidenciaram a eficiência do processo de síntese dos compostos C-S-H e a compreensão aprofundada das propriedades físico-químicas do material obtido será essencial para consolidar a sua aplicação prática. A caracterização detalhada permitirá correlacionar aspectos estruturais e morfológicos com o desempenho funcional do material, além de fornecer dados sobre sua estabilidade térmica e composição química. Tais informações são fundamentais para validar o uso do C-S-H como adsorvente em condições ambientais variadas e para aprimorar etapas subsequentes da pesquisa, como os testes de remoção seletiva de metais pesados em sistemas multielementares (ZHANG *et al.*, 2022).

Neste trabalho foram empregadas técnicas complementares que permitem avaliar diferentes aspectos do composto obtido. A microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS) foi utilizada para observar a morfologia das partículas e a distribuição elementar na superfície do material, possibilitando a identificação de estruturas lamelares e a homogeneidade da incorporação de cálcio e silício (FELDMAN e SEREDA, 1975). A análise termogravimétrica (TGA/DTG) permitiu investigar a estabilidade térmica do composto, identificando os eventos de perda de massa associados à desidratação e decomposição das fases hidratadas (RAO e PARIJA, 2013). A espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi aplicada para identificar os grupos funcionais presentes, como ligações Si-O-Si e Ca-OH, confirmando a presença das estruturas características dos C-S-H (GROSSO *et al.*, 2021).

A caracterização proposta neste estudo fornece subsídios relevantes para a compreensão da estrutura e da estabilidade dos silicatos de cálcio hidratado sintetizados a partir de cinzas FGD. Os resultados obtidos contribuem para o avanço no desenvolvimento de materiais funcionais baseados em resíduos industriais, com potencial aplicação em tecnologias de remediação ambiental e tratamento de efluentes contaminados por metais radioativos ou pesados.

## **Material e Métodos**

### **Materiais**

O composto de silicato de cálcio hidratado utilizado neste estudo foi previamente sintetizado a partir de cinzas FGD, provenientes do processo FGD úmido da Usina Termoeletrica de Pampa Sul (Candiota, Rio Grande do Sul). O processo de síntese seguiu a rota estabelecida no trabalho de ALCÂNTARA-DOMINGOS e FUNGARO (2025), por meio de fusão alcalina e hidratação controlada, com parâmetros otimizados de tempo e temperatura. A amostra foi nomeada SCF.

### **Técnicas de caracterizações**

#### ***Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)***

As análises de FTIR foram conduzidas em espectrômetro (Nexus 670 Thermo Nicolet), na faixa de  $4000$  a  $400\text{ cm}^{-1}$ , com resolução de  $4\text{ cm}^{-1}$  e 32 varreduras por amostra. As amostras foram preparadas na forma de pastilhas com KBr (1% m/m). As bandas vibracionais foram atribuídas aos grupos funcionais característicos dos silicatos hidratados, com ênfase nas ligações Si–O–Si, Ca–OH e H–O–H.

#### ***Análise Termogravimétrica (TGA/DTG)***

A estabilidade térmica dos materiais foi avaliada por meio de análise termogravimétrica (TGA) em equipamento (Mettler-Toledo), sob atmosfera de nitrogênio, com taxa de aquecimento de  $10\text{ °C min}^{-1}$ , na faixa de temperatura de  $25\text{ °C}$  a  $600\text{ °C}$ . A derivada da curva de perda de massa (DTG) foi utilizada para identificar os eventos de decomposição e desidratação das fases presentes.

#### ***Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e EDS***

As análises morfológicas foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura (FEI (Atual Thermo)/Zeiss - QUANTA FEG 650/LEO 440). As amostras foram previamente secas e recobertas com camada de carbono por metalização a vácuo. A composição elementar foi determinada por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), acoplada ao MEV, com aquisição em múltiplos pontos da superfície.

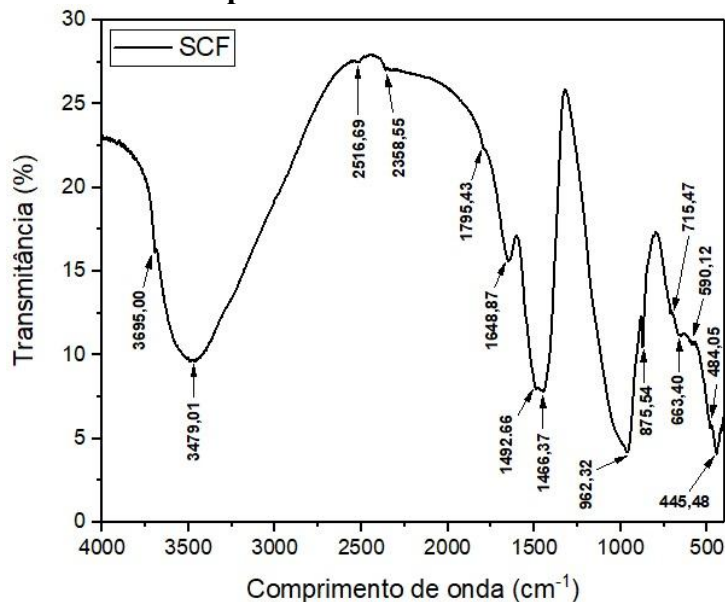
## **Resultados e Discussão**

### ***FTIR***

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier foi utilizada para identificar os grupos funcionais presentes nos materiais sintetizados a partir das cinzas FGD

com o objetivo de confirmar a formação de fases hidratadas de silicato de cálcio (C–S–H) e investigar possíveis produtos secundários. Na Figura 1 está apresentado o espectro de FTIR da amostra SCF.

**Figura 1 – Espectro FTIR do composto SCF.**



**Fonte: Própria autora.**

As bandas localizadas nas regiões de 445,48; 484,05; e 590,12  $\text{cm}^{-1}$  foram atribuídas às deformações angulares do grupo O–Si–O, típicas de estruturas tetraédricas de sílica. Além disso, essas regiões também indicam a liberação de moléculas de água estruturais ligadas à matriz do material, comportamento compatível com produtos hidratados como os C–S–H (LOTHENBACH *et al.*, 2022; TANG *et al.*, 2019).

A banda discreta em 663,40  $\text{cm}^{-1}$  pode ser relacionada tanto ao estiramento simétrico do grupo Si–O–Si, quanto à presença de íons sulfito ( $\text{SO}_3^{2-}$ ) oriundos de compostos como o  $\text{CaSO}_3 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ , comum em cinzas resultantes da dessulfurização dos gases de combustão (WU *et al.*, 2018; KIRKPATRICK *et al.*, 1997). Essa atribuição reforça a influência da matéria-prima sulfatada na composição final do material.

As bandas em 715,47 e 875,54  $\text{cm}^{-1}$  foram associadas às deformações angulares fora do plano do grupo carbonato ( $\text{CO}_3^{2-}$ ), indicando a presença de calcita, conforme também observado por difração de raios X (DRX) (ALCÂNTARA-DOMINGOS e FUNGARO, 2025). A formação de carbonatos pode ser atribuída à carbonatação dos compostos de cálcio durante a secagem ou à presença residual dos reagentes utilizados em excesso no processo de dessulfurização.

A banda intensa em 962,32  $\text{cm}^{-1}$  representa o estiramento assimétrico das ligações Si–O de tetraedros de silicato do tipo  $\text{Q}^2$ . Essa banda é a principal assinatura dos compostos C–S–H, bem como de fases cristalinas como tobermorita, xonotlita e pectolita (SHAIKH *et al.*, 2014). A diferença no valor desta banda em relação às cinzas in natura está associada ao grau de polimerização das unidades de  $\text{SiO}_4$ : quanto maior o grau de polimerização, maior o número de onda observado (LI *et al.*, 2021; KIRKPATRICK *et al.*, 1997).

As bandas centradas em 1466,37 e 1492,66  $\text{cm}^{-1}$  correspondem ao estiramento assimétrico do íon carbonato, reforçando a presença de calcita como subproduto ou fase

secundária. Esse carbonato pode ter origem na reação do excesso de compostos de cálcio com o CO<sub>2</sub> atmosférico durante o processo de secagem (LECOQ *et al.*, 2011).

Na região de 1648,87 e 1795,43 cm<sup>-1</sup>, observam-se bandas atribuídas à deformação angular da molécula de água (H–O–H), relacionadas à água interlamelar ou fisicamente adsorvida, característica típica de materiais hidratados e porosos como os silicatos de cálcio (TIAN *et al.*, 2017).

As bandas em 2358,55 e 2516,69 cm<sup>-1</sup> foram associadas à vibração de estiramento dos grupos OH, que indicam a presença de pontes de hidrogênio fracas e variações na força de ligação das moléculas de água no interior da estrutura. Tais bandas estão frequentemente relacionadas a efeitos estéricos e diminuição no comprimento das ligações de hidrogênio (ZHANG *et al.*, 2020).

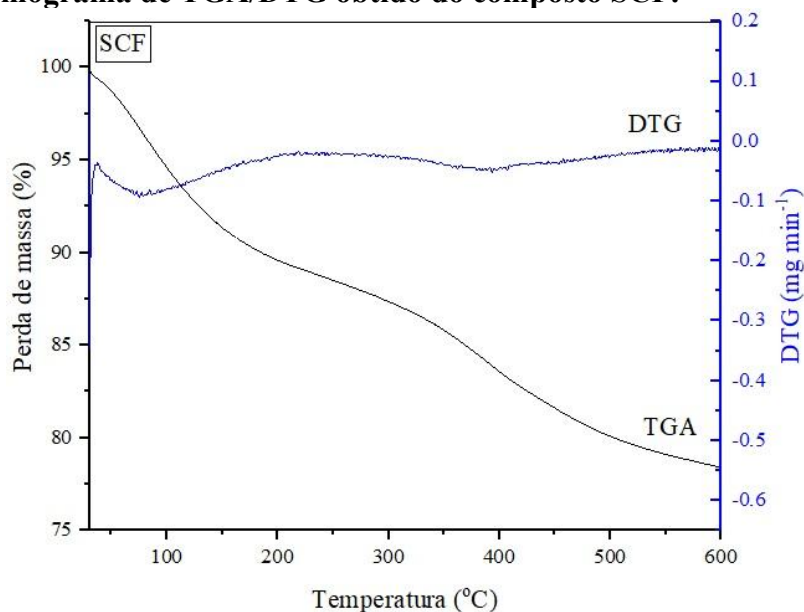
Por fim, a banda larga em 3479,01 cm<sup>-1</sup> corresponde ao estiramento O–H da água adsorvida e estrutural, indicando a retenção de moléculas de água entre as intercadas do material. Essa característica é compatível com a presença de C–S–H de baixa cristalinidade, cuja estrutura lamelar permite o aprisionamento de água por pontes de hidrogênio (LOTHENBACH *et al.*, 2022; PUYARINDA *et al.*, 2020).

Portanto, os resultados de FTIR confirmam a formação de compostos C–S–H e possíveis fases cristalinas associadas, além de indicar a presença de carbonatos (calcita) e resíduos de enxofre (sulfito), coerentes com a origem das cinzas sulfatadas utilizadas na síntese.

### TGA/DTG

A curva TGA/DTG do composto C-S-H contendo tobermorita sintetizado a partir de cinzas FGD (Figura 2) apresenta três principais regiões de perda de massa associadas à transformações físico-químicas típicas de silicatos de cálcio hidratados.

**Figura 2 – Termograma de TGA/DTG obtido do composto SCF.**



**Fonte: Própria autora.**

A primeira etapa de perda de massa, observada entre aproximadamente 30 °C e 200 °C, está relacionada à desidratação da água adsorvida e da água estrutural fracamente ligada na superfície do C-S-H. Este processo inclui a remoção de moléculas de água presentes nos poros

capilares e na camada interlamelar, característica reportada por diversos autores para materiais semelhantes (SHAHRAJABIAN *et al.*, 2019; TAYLOR, 1997).

A segunda etapa, entre cerca de 200 °C e 400 °C, corresponde à liberação da água estrutural fortemente ligada e à desidroxilação de fases hidratadas de cálcio e silício. Nesta faixa, também pode ocorrer a decomposição parcial da tobermorita, liberando água da sua estrutura cristalina (RAMEZANIANPOUR e JAFARIFAR, 2012). Estudos indicam que a estabilidade térmica da tobermorita se mantém até aproximadamente 350–400 °C, quando se inicia sua decomposição gradual (NONAT, 2004).

A terceira região de perda de massa, entre 400 °C e 600 °C, pode ser atribuída à decomposição de possíveis fases carbonatadas formadas durante a síntese ou o armazenamento do material, como carbonato de cálcio proveniente da carbonatação de portlandita residual (HOSHINO *et al.*, 2006). Essa etapa é marcada por uma diminuição mais lenta e contínua de massa, compatível com a degradação de carbonatos e rearranjos estruturais do silicato.

A análise DTG evidencia picos suaves de decomposição, indicando que as etapas ocorrem de maneira sobreposta e gradual, fenômeno comum em materiais C-S-H com estrutura parcialmente cristalina e fases mistas (TAYLOR, 1997). O perfil observado sugere que a amostra apresenta alta estabilidade térmica até 200 °C, o que é relevante para aplicações em ambientes moderadamente aquecidos.

Esses resultados confirmam que o material sintetizado mantém características térmicas compatíveis com C-S-H e tobermorita obtidos por via hidrotérmica e que as perdas de massa são consistentes com processos de desidratação, desidroxilação e decomposição carbonática descritos na literatura para compostos similares.

### **MEV/EDS**

A caracterização morfológica e elemental dos materiais sintetizados foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada à espectroscopia por dispersão de energia de raios-X (EDS). A micrografia obtida revela uma morfologia predominantemente agregada, com partículas de dimensões micrométricas distribuídas de maneira relativamente homogênea (Figura 3A). As superfícies das partículas apresentam morfologia compacta, característica de fases C-S-H e compatível com estruturas de tobermorita, como relatado por Taylor (1997).

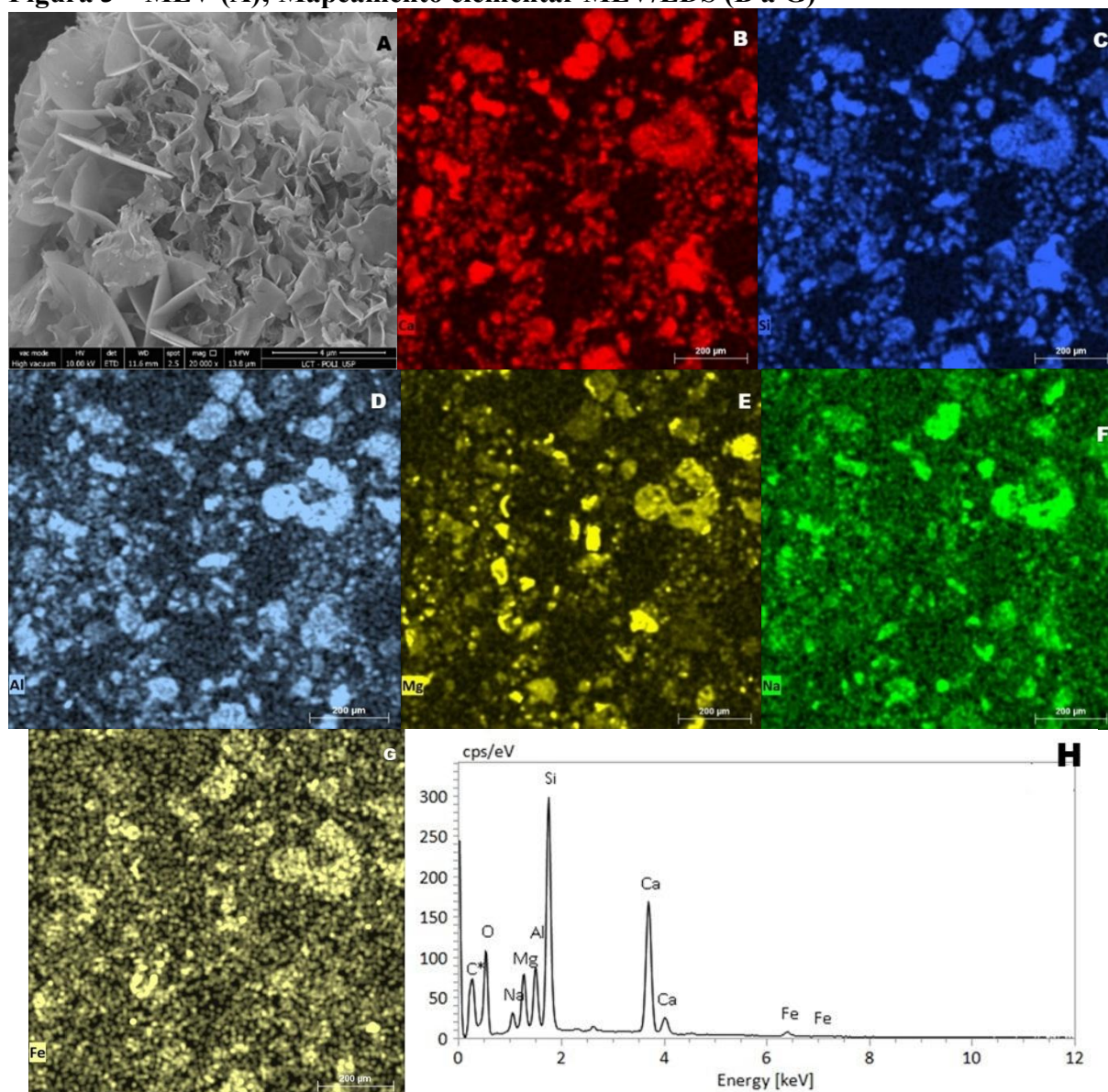
A imagem de mapeamento por EDS (Figura 3 - B a G) evidencia a presença dos principais elementos constituintes dos silicatos de cálcio hidratado: cálcio (B), silício (C), alumínio (Al), além de magnésio (E), sódio (F) e ferro (G) e, indicando possível substituição isomórfica ou resíduos da matéria-prima utilizada.

O espectro EDS (Figura 3H) confirma a dominância dos picos de Si e Ca, com uma razão atômica Ca/Si compatível com a faixa de valores descrita na literatura para C-S-H (1,2), conforme detalhado por RICHARDSON (2008). A presença de Mg e Na pode estar associada à participação de fases secundárias ou à inclusão de impurezas provenientes das cinzas utilizadas como precursor.

Esses resultados corroboram a formação de compostos típicos da família dos silicatos de cálcio hidratados, com possível formação de tobermorita, como identificado anteriormente em estudos de síntese a partir de resíduos industriais (ZHANG *et al.*, 2025).



**Figura 3 – MEV (A); Mapeamento elemental MEV/EDS (B a G)**



**Fonte: Própria autora.**

## Conclusões

Os resultados obtidos por meio das análises físico-químicas realizadas neste estudo demonstram que os compostos de silicato de cálcio hidratado (C–S–H), sintetizados a partir de cinzas FGD por rota envolvendo fusão alcalina e hidratação, apresentam características estruturais e morfológicas compatíveis com aplicações ambientais.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) evidenciou uma morfologia lamelar típica das fases C–S–H, com boa uniformidade das partículas, enquanto a espectroscopia de energia dispersiva (EDS) confirmou a presença majoritária de cálcio, silício e oxigênio, validando a composição esperada para o material. A análise termogravimétrica (TGA/DTG) indicou estabilidade térmica adequada e revelou os principais eventos de desidratação e decomposição relacionados às fases hidratadas presentes. A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) permitiu a identificação de bandas vibracionais características dos grupos funcionais Si–O, Ca–OH e H–O–H, confirmando a formação das estruturas previstas para os silicatos hidratados.

Dessa forma, a caracterização detalhada comprovou a eficácia da rota de síntese adotada, reforçando o potencial de aproveitamento das cinzas FGD como precursor para materiais funcionais. Os dados obtidos contribuem significativamente para a consolidação do conhecimento sobre esses compostos e fornecem subsídios importantes para os estudos subsequentes, que visam à aplicação desses materiais na remoção de contaminantes, como urânio e cério, de soluções aquosas.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da CNPq e a Usina Termelétrica do Porto de Pecém por fornecer as cinzas sulfatadas de carvão mineral.

## Referências

- ALCÂNTARA-DOMINGOS, R. R.; FUNGARO, D. A. Circular economy: development of calcium silicate hydrated compounds aimed at the sustainable use of waste from the coal industry. **Brazilian Journal of Animal and Environmental Research**, v. 8, n. 1, p. 952–969, 2025. DOI: 10.34188/bjaerv8n1-096.
- FELDMAN, R. F.; SEREDA, P. J. A model for hydrated Portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties. **Cement and Concrete Research**, v. 5, n. 6, p. 901–912, 1975.
- GROSSO, B. R. et al. Synthesis and characterization of C–S–H phases: FTIR and XRD insights. **Construction and Building Materials**, v. 310, p. 125–141, 2021.
- HOSHINO, S. et al. Thermal decomposition of calcium silicate hydrates. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 89, n. 2, p. 596–601, 2006.
- KIRKPATRICK, R. J.; YARGER, J. L.; MCMILLAN, P. F.; YU, P.; CONG, X. Raman spectroscopy of C–S–H, tobermorite, and jennite. **Adv. Cem. Based Mater.** 5, 93–99, 1997. [https://doi.org/10.1016/S1065-7355\(97\)00001-1](https://doi.org/10.1016/S1065-7355(97)00001-1)
- LECOCQ, C. et al. Carbonation of cement-based materials: reaction mechanisms and consequences. **Materials and Structures**, v. 44, n. 1, p. 109–124, 2011.
- LI, X. et al. Structure and performance of C–S–H synthesized from industrial wastes. **Journal of Cleaner Production**, v. 281, p. 124–137, 2021.
- LI, Y. et al. Sorption of heavy metal ions by layered double hydroxides: mechanisms and applications. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 24, p. 20430–20442, 2017.
- LOTENBACH, B.; JANSEN, D.; YAN, Y.; SCHREINER, J. Solubility and characterization of synthesized 11 Å Al-tobermorite. **Cement and Concrete Research**. 159, 106871, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106871>
- NONAT, A. The structure and stoichiometry of C–S–H. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 9, p. 1521–1528, 2004.
- PUYARINDA, L. C. et al. Evaluation of calcium silicate hydrates formed from coal fly ash. **Journal of Materials Science**, v. 55, p. 413–425, 2020.
- RAMEZANIANPOUR, A. A.; JAFARIFAR, N. Effect of curing temperature and silica fume on the properties of C–S–H and tobermorite. **Construction and Building Materials**, v. 36, p. 419–424, 2012.
- RAO, Y. F.; PARIA, S. Removal of toxic metal ions from aqueous solution using modified clay. **Journal of Hazardous Materials**, v. 203–204, p. 162–170, 2013.
- RICHARDSON, I. G. The calcium silicate hydrates. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 2, p. 137–158, 2008.
- SHAHRAJABIAN, H. et al. Investigation of the thermal stability of C–S–H phases using TG–DTG analysis. **Construction and Building Materials**, v. 211, p. 956–965, 2019.
- SHAIKH, F. et al. FTIR study on structural evolution of C–S–H gel synthesized from different precursors. **Construction and Building Materials**, v. 73, p. 509–519, 2014.



TANG, S.; HUBAO, A.; CHEN, J.; YU, W.; YU, P.; CHEN, E.; DENG, H.; HE, A. The interactions between water molecules and C-S-H surfaces in loads-induced nanopores: A molecular dynamics study. **Applied Surface Science**. 496, 143744, 2019. doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.143744

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2. ed. London: Thomas Telford, 1997.

TIAN, Q. et al. Synthesis of C-S-H from waste materials: a sustainable strategy. **Journal of Cleaner Production**, v. 162, p. 299-307, 2017.

WANG, Y. et al. Utilization of flue gas desulfurization (FGD) gypsum in cementitious materials: a review. **Journal of Cleaner Production**, v. 276, p. 124–206, 2020.

WU, H. et al. Sulfite-containing solid waste valorization: challenges and opportunities. **Waste Management**, v. 79, p. 485–497, 2018.

ZHANG, L. et al. Advances in application of calcium silicate-based materials for environmental remediation. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 10, n. 1, p. 107–128, 2022.

ZHANG, S. et al. Hydrogen bonding effects in hydrated silicate structures: a spectroscopic analysis. **Vibrational Spectroscopy**, v. 110, p. 103-112, 2020.

ZHANG, Z.; HUANG, Z.; SHI, C; WU, Z.; ZHANG, W.; DUAN, P.; JIANG, Z. Advancement in Raman spectroscopy (RS) for characterizing cementitious materials. **Journal American Ceramic Society**. 108: e 20162., 2025. DOI: 10.1111/jace.20162