



## ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE LIGANTE SUSTENTÁVEL À BASE DE ÓXIDO DE MAGNÉSIO E RESÍDUO AGROINDUSTRIAL

**William Mateus Kubiaki Levandoski**

Doutorando no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental da Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS) e bolsista do CNPq

williankubi@gmail.com

**Maria Alice Piovesan**

Graduanda do Curso de Engenharia Ambiental e Sanitária da Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS) e bolsista do CNPq

mariaalicepiovesan@gmail.com

**Eduardo Pavan Korf**

Professor permanente do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental da Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS)

eduardo.korf@uffs.edu.br

### 1. Introdução

A crescente demanda por materiais cimentícios mais sustentáveis tem impulsionado o desenvolvimento de ligantes alternativos ao cimento Portland, cuja produção é intensiva em energia e responsável por significativa emissão de CO<sub>2</sub> — estimada em até 8% das emissões globais (Andrew, 2019). Além do impacto ambiental, o cimento Portland apresenta limitações técnicas relevantes, como a baixa resistência química a ambientes agressivos contendo sulfatos e ácidos (Zhang *et al.*, 2024).

Nesse contexto, os ligantes à base de óxido de magnésio (MgO) têm se destacado como alternativas promissoras. O MgO na presença de fontes de sílica leva à formação do gel de silicato hidratado de magnésio (M–S–H), uma fase cimentícia amorfa, de pH mais moderado e estrutura mais densa e estável em comparação ao tradicional C–S–H do cimento Portland (Sreenivasan *et al.*, 2024; Marsiske *et al.*, 2021). Considerando a necessidade de mitigar impactos ambientais e otimizar o custo de produção de ligantes, a substituição de fontes comerciais de sílica por resíduos com elevado teor de sílica amorfa tem sido considerada uma abordagem promissora para a valorização de subprodutos e o desenvolvimento de materiais cimentícios de baixo impacto ambiental (Sreenivasan *et al.*, 2024).

Dentre esses, a cinza de casca de arroz (CCA), subproduto da queima da casca para geração de energia, destaca-se por seu elevado teor de óxido de sílica amorfo (SiO<sub>2</sub>)



e ampla disponibilidade, sendo muitas vezes descartada inadequadamente no meio ambiente (Pode, 2016; Silva Nuernberg; Niero; Bernardin, 2021). Apesar do potencial da combinação MgO–CCA para a produção de ligantes de baixo carbono, ainda são escassas as investigações voltadas à sua caracterização microestrutural.

Nesse contexto, a análise da morfologia dos produtos de hidratação, da distribuição de poros e da formação do gel M–S–H é fundamental para compreender os mecanismos de desempenho físico-químico do ligante. Dessa forma, este estudo tem como objetivo avaliar, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), um ligante a base de MgO e CCA, identificando as fases formadas, a densidade da matriz cimentícia e a presença de falhas microestruturais.

## 2. Metodologia

### 2.1 Materiais

Os materiais utilizados no estudo são: óxido de magnésio (MgO), cinza de casca de arroz (CCA) e hexametafosfato de sódio (SHMP). A CCA foi obtida de uma termelétrica no Rio Grande do Sul (RS), Brasil, onde a queima é realizada a 800-1000°C por 8-12 segundos. O SHMP foi adquirido de uma empresa comercial de reagentes químicos em Chapecó, Santa Catarina (SC), Brasil. Já o MgO foi adquirido de um fornecedor online de insumos e matérias-primas. Para os procedimentos do estudo, a CCA foi submetida a um processo de secagem a 105 °C por 48 horas, seguida de peneiramento em peneira de malha 200 (abertura de 75  $\mu\text{m}$ ).

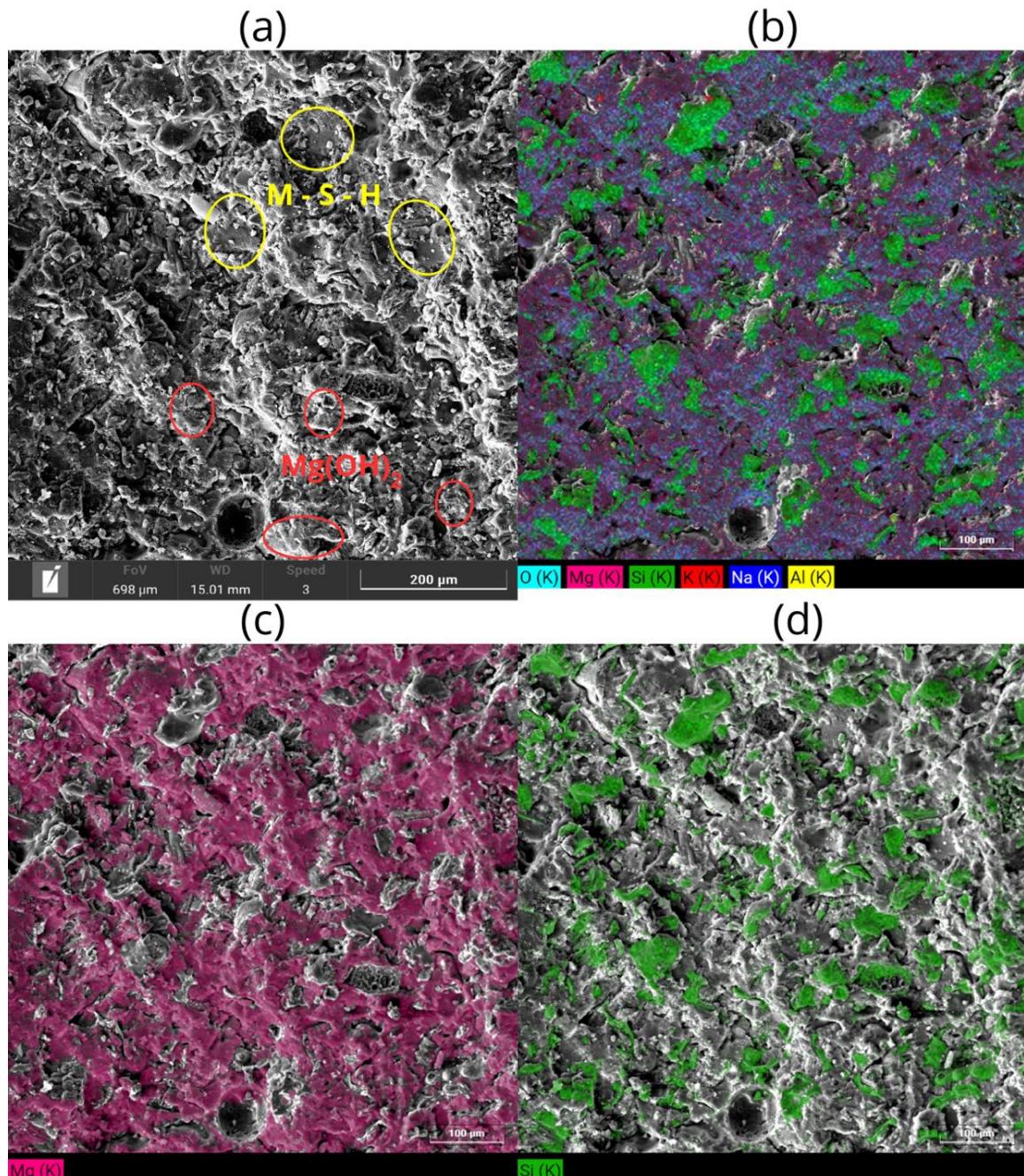
### 2.2 Métodos

Foram moldados 03 (triplicata) corpos de prova cilíndricos (37 mm  $\times$  74 mm) a partir de uma mistura com massa total de 60 g, composta por razão MgO/CCA de 1,5 (60% de MgO e 40% de CCA) e 3% de hexametafosfato de sódio (SHMP), em base seca. A mistura foi preparada com relação sólido-líquido (água/sólidos) de 0,8. Após homogeneização, a pasta foi inserida nos moldes de PVC, selados e submetidos a vibração manual para eliminação de bolhas de ar. Os corpos foram curados por 7 dias a 23  $\pm$  2 °C. Para a análise por MEV, uma porção representativa das amostras foi metalizada com ouro e analisada em microscópio Tescan® VEGA 4 LMU com detector EDS, sob feixe de elétrons de 20 kV e ampliação de 500x.



### 3. Resultados e discussão

A Figura 1 apresenta imagens de MEV e mapeamentos elementares por EDS da amostra com razão MgO/CCA de 1,5 e teor de 3% de SHMP.



**Figura 1: MEV e mapeamentos elementares por EDS de ligante à base de MgO e CCA com 3% de SHMP após 7 dias de cura. (a) Imagem MEV evidenciando regiões com formação de M–S–H e Mg(OH)<sub>2</sub>; (b) Mapeamento EDS composto (O, Mg, Si, K, Na, Al); (c) Distribuição do elemento Mg; (d) Distribuição do elemento Si.**

Fonte: Autores



Na imagem (a), observa-se uma microestrutura heterogênea, com a presença de regiões distintas atribuídas à formação do gel de silicato hidratado de magnésio (M–S–H), destacadas por áreas mais compactas e com textura densa (em amarelo). Também são identificadas fases mais porosas, com acúmulo de magnésio e oxigênio, associadas à precipitação de brucita ( $Mg(OH)_2$ ), indicadas em vermelho. Essa morfologia é compatível com sistemas com alta razão Mg/Si, que favorecem a formação de brucita em detrimento do gel M–S–H (Nied *et al.*, 2016).

O mapeamento EDS composto (b) confirma a distribuição elementar dos principais constituintes da matriz. Nota-se forte presença de magnésio (rosa) e oxigênio (azul claro), indicando regiões ricas em  $Mg(OH)_2$ , enquanto os aglomerados em verde, ricos em silício, indicam a presença de sílica não reagida ou parcialmente consumida. A sobreposição dos elementos em diferentes regiões aponta para um sistema parcialmente reativo, com formação incompleta de fases cimentícias.

Nas imagens (c) e (d), o mapeamento isolado de Mg e Si, respectivamente, permite observar com maior clareza a distribuição dos elementos. A imagem (c) mostra uma matriz amplamente recoberta por Mg, indicando a predominância de fases magnésicas, o que pode limitar a formação efetiva de M–S–H em função da saturação em  $Mg^{2+}$ . Por outro lado, a imagem (d) revela a presença de domínios concentrados em Si, sugerindo a existência de sílica remanescente da CCA, possivelmente devido à sua baixa reatividade ou à limitação cinética imposta pelas condições de cura (Nair *et al.*, 2008).

A presença simultânea de brucita e sílica não reagida, associada a uma matriz ainda não totalmente densificada, sugere que o tempo de cura de 7 dias pode ter sido insuficiente para o desenvolvimento completo das reações de hidratação (Simoni *et al.*, 2023). No entanto, a identificação de regiões com características típicas do gel M–S–H já indica o início da formação da fase desejada.

#### 4. Considerações finais

A caracterização microestrutural revelou uma matriz heterogênea com presença de fases típicas de M–S–H, brucita ( $Mg(OH)_2$ ) e sílica não reagida. Esses resultados indicam que, embora o ligante à base de MgO, CCA e SHMP tenha potencial na formação de fases cimentícias alternativas, sua reatividade ainda é limitada nas condições avaliadas, possivelmente devido à elevada razão Mg/Si, à cristalinidade da CCA e ao tempo de cura



de apenas 7 dias.

A formação parcial do gel M–S–H e a presença de fases residuais sugerem a necessidade de ajustes na formulação e nos parâmetros de cura para maximizar o desenvolvimento da matriz. Como continuidade deste estudo, recomenda-se investigar tempos de cura mais prolongados, pré-tratamentos físico-químicos da CCA e a aplicação do ligante em sistemas com resíduos aplicados como materiais geotécnicos na condição real, visando avaliar tanto o desempenho mecânico quanto a eficiência de encapsulamento de contaminantes.

## Referências

- ANDREW, R. M. Global CO<sub>2</sub> emissions from cement production, 1928–2018. **Earth System Science Data**, v. 11, p. 1675–1710, 2019.
- MARSISKE, M. R. *et al.* Immobilization of (aqueous) cations in low pH M–S–H cement. **Applied Sciences**, v. 11, p. 1–18, 2021.
- NAIR, D. G. *et al.* A structural investigation relating to the pozzolanic activity of rice husk ashes. **Cement and Concrete Research**, v. 38, p. 861–869, 2008.
- NIED, D. *et al.* Properties of magnesium silicate hydrates (M–S–H). **Cement and Concrete Research**, v. 79, p. 323–332, 2016.
- PODE, R. Potential applications of rice husk ash waste from rice husk biomass power plant. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 53, p. 1468–1485, 2016.
- SILVA NUERNBERG, N. B.; NIERO, D. F.; BERNARDIN, A. M. Valorization of rice husk ash and aluminum anodizing sludge as precursors for the synthesis of geopolymers. **Journal of Cleaner Production**, v. 298, p. 1–12, 2021.
- SIMONI, M. *et al.* Reaction mechanisms, kinetics, and nanostructural evolution of magnesium silicate hydrate (M–S–H) gels. **Cement and Concrete Research**, v. 174, p. 1–14, 2023.
- SREENIVASAN, H. *et al.* A critical review of magnesium silicate hydrate (M–S–H) phases for binder applications. **Cement and Concrete Research**, v. 178, p. 1–27, 2024.
- ZHANG, S. *et al.* Durability and heavy metals leaching behavior of cemented paste backfill using chemical activated binary slag as binder under sulfate attack. **Case Studies in Construction Materials**, v. 20, p. 1–17, 2024.

**Agradecimentos:** CNPq (bolsas de pesquisa de Doutorado, Iniciação Científica e Produtividade em Pesquisa – Nível II)