

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MICROESFERAS DE ZIRCÔNIA COMO TROCADOR INORGÂNICO – ESTUDO DO COMPORTAMENTO CROMATOGRÁFICO EM COLUNAS COM SOLUÇÕES DE MOLIBDÊNIO(VI)

Pedro Paulo Cerqueira de Oliveira Röhl, Fátima Maria Sequeira de Carvalho
Divisão de Tecnologia Química e Ambiental – MQT

OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivos a preparação, caracterização e estudo das propriedades de microesferas de zircônia no uso como trocador inorgânico. Visa-se, também o estudo do comportamento cromatográfico de soluções de Mo(VI) com a finalidade de separação e purificação deste elemento em soluções químicas e radioquímicas.

METODOLOGIA

Preparação das Microesferas

Prepararam-se as microesferas de modo semelhante à preparação das microesferas de alumina feita no IPEN [1,2]. Na etapa de secagem as microesferas de zircônia são colocadas em estufa a 60°C, não sendo necessários outros tratamentos térmicos.

Estudo da Retenção de Mo(VI) em Microesferas de Zircônia

O estudo da retenção de elementos em trocadores inorgânicos é bastante conhecida [3,4]. As microesferas diminuem o risco de entupimento das colunas cromatográficas. Neste trabalho percolaram-se 500 ml de uma solução nítrica de Mo(VI) em uma coluna contendo as microesferas de zircônia com velocidade de 1-2 ml/min. Fez-se a lavagem com 100 ml de água destilada e a eluição com 100 ml de NH₄OH 1M. A escolha destes parâmetros foi feita

baseando-se em estudos anteriores deste trabalho.

RESULTADOS

A esfericidade das microesferas preparadas neste trabalho apresentou-se adequada. A pureza das mesmas pode ser observada na Tabela I, onde a quantidade de cada elemento foi determinada por espectrografia de emissão.

As análises de Mo(VI) nas diversas fases da separação foram realizadas por espectrometria de plasma. No efluente foram retiradas amostras a cada 50 ml. A perda de molibdênio nesta fase somou 0,37 mg. Na água de lavagem não se constatou perda do elemento. O gráfico da eluição, onde as amostras foram retiradas a cada 10 ml, pode ser visto na Fig. 1

ELEMENTO	TEOR%	ELEMENTO	TEOR%
B	<0,003	Pb	<0,0045
P	<0,15	Sn	<0,003
Fe	<0,0075	Bi	<0,0015
Cr	<0,0045	V	<0,003
Ni	<0,0045	Cu	<0,0045
Zn	<0,15	Ba	0,015
Si	1,5	Co	<0,0045
Al	<0,006	Ca	0,003
Mn	<0,0015	Sb	<0,0045
Mg	<0,0045		

TABELA I - PORCENTAGEM DOS ELEMENTOS ENCONTRADOS NAS MICROESFERAS DE ZIRCÔNIA

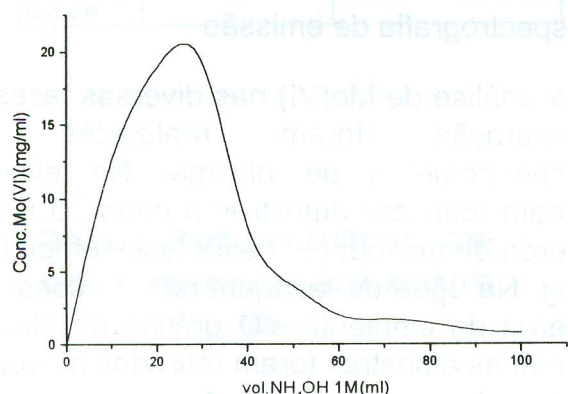


FIGURA 1 - ELUIÇÃO DO MO(VI) DAS MICROESFERAS DE ZIRCÔNIA COM NH_4OH

CONCLUSÕES

As microesferas preparadas pelo método utilizado no IPEN (sol-gel) para a fabricação de microesferas de alumina apresentaram-se com boa esfericidade e com pureza adequadas para o uso como trocador inorgânico. Pelos estudos realizados até o momento pode-se observar que as microesferas de zircônia apresentam boa retenção de Mo(VI) em soluções nítricas em pH=3. O método

poderá ser utilizado analiticamente para a separação e purificação de molibdênio

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Santos, W. R., "Preparação de Microesferas de alumina por processo hidrolítico, Aplicação como trocador inorgânico em cromatografia de coluna, Dissertação de Mestrado - Instituto de Química USP
- [2] Rodrigues, J. A J; Zacharias, M. A ; Aquino, A R.; Rocha, S. M. R. - *Eclética Química*, 15, 41, 1990
- [3] Baran, V.; Caletka, R.; Tynpl, M. and Urbánek, V.- *J. Radioanal. Chem.*, 24, 353, 1975
- [4] Carvalho, F.M.S., "Três novas reações de precipitação de Mo(VI) - Processo alternativo para a separação e purificação de molibdênio", Tese de Doutorado, Instituto de Química USP

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPQ/PIBIC