

IONE MAKIKO YAMAZAKI E LUIZ PAULO GERALDO  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
IPEN-CNEN/SP

### RESUMO

Microfiltros nucleares com porosidade em torno de  $10^7$  e  $10^8$  poros/cm<sup>2</sup> e diâmetros médios de poros compreendidos entre 0,1 a 1,0  $\mu\text{m}$  foram desenvolvidos utilizando a técnica do registro de traços de fissão em filmes plásticos Makrofol KG (10  $\mu\text{m}$  de espessura). Estes filmes foram irradiados num feixe colimado de fragmentos provenientes da fissão do U-235 com nêutrons térmicos obtidos no reator IEA-R1. As melhores condições de revelação química obtidas foram em soluções de hidróxido de sódio 6,25 N a 45°C e 5,0 N a 35°C para membranas com densidades de poros de  $10^7$  e  $10^8$  poros/cm<sup>2</sup>, respectivamente.

### INTRODUÇÃO

Microfiltros nucleares plásticos têm sido desenvolvidos em diversos laboratórios irradiando-se filmes plásticos policarbonatos tais como o Makrofol KG, Lexan, etc. em um feixe colimado de partículas carregadas pesadas. Estas partículas perfuram o detector plástico produzindo orifícios (traços ou poros) muito pequenos ( $\approx 80\text{\AA}$ ) e aproximadamente iguais. Após uma revelação química adequada, estes orifícios são ampliados formando no filme poros com diâmetros na região de  $\mu\text{m}$ . O diâmetro dos orifícios é, portanto, controlado pelo tempo de revelação química enquanto que a densidade destes poros, ou porosidade, é determinada pela dose de partículas incidentes. Assim, a grande vantagem desta técnica é a obtenção de microfiltros com poros praticamente iguais e ainda com diâmetro e porosidade que podem ser previamente estabelecidos.

A importância do desenvolvimento destas membranas porosas deve-se à diversidade de aplicações tanto na área da Biotecnologia como na área Industrial as quais tem aumentado de forma significativa nos últimos anos. Dentre as diversas aplicações da Biotecnologia destacam-se: as análises bacteriológicas como a separação de ovos de Schistosoma; os diagnósticos citológicos como a separação de células cancerosas das sadias; o controle de qualidade de alimentos e bebidas como a filtração de bactérias e leveduras em vinhos, cervejas, sucos de frutas, etc.; as análises microbiológicas como a detecção de Giardia lamblia, Escherichia coli, fitoplâncton, etc. em águas e leites; enquanto na área Industrial destacam-se: análises gravimétricas de combustível de aviação e de diversos fluidos hidráulicos; pré-filtração, purificação e clareamento de solventes e de outros fluidos e gases; purificação e esterilização de soluções; estabilização biológica e coloidal de vinhos, cervejas, e vários produtos alimentícios; hiperfiltrações na produção de reagentes químicos de elevada pureza; estudos ambientais como coletores de aerossóis, etc. (1,2,3)

### PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E RESULTADOS OBTIDOS

A primeira etapa da pesquisa consistiu no desenvolvimento de microfiltros nucleares com diâmetro de poros entre 1,9 a 10,6  $\mu\text{m}$  e porosidade da ordem de  $10^5$  poros/cm<sup>2</sup>, utilizando o plástico policarbonato Makrofol KG e como fonte de nêutrons, o Cf-252. (1) Dando continuidade a este projeto, neste trabalho foi desenvolvida a técnica para produção de membranas filtrantes com tamanho de poros no intervalo de 0,1 a 1,0  $\mu\text{m}$  e porosidade de em torno de  $10^8$  poros/cm<sup>2</sup> e  $10^7$  poros/cm<sup>2</sup> utilizando o mesmo plástico Makrofol KG (10  $\mu\text{m}$  de espessura). Com este desenvolvimento espera-se que sejam atendidas pra-

ticamente todas as necessidades das diversas aplicações destes microfiltros nas diferentes áreas da ciência e tecnologia.

Para diâmetros de poros abaixo de 1,0  $\mu\text{m}$  a análise dos orifícios é muito mais complexa pois é necessário a utilização de um microscópio eletrônico de varredura. Além disso, a fim de se conseguir velocidades de filtrações adequadas é fundamental que se tenha neste caso porosidades da ordem de  $10^7$  poros/cm<sup>2</sup> a  $10^8$  poros/cm<sup>2</sup> exigindo-se, assim, o emprego de fontes de nêutrons muito mais intensas do que aquela utilizada na primeira etapa do projeto. Para esta finalidade foi montado um arranjo experimental junto ao beam-hole BH-10 do reator IEA-R1 onde o fluxo de nêutrons térmicos extraído foi medido pela técnica de ativação de folhas de ouro, e o resultado obtido foi de  $10^7$  n/cm<sup>2</sup>.s. A figura 1 mostra o arranjo experimental montado junto ao canal BH-10 do reator IEA-R1.

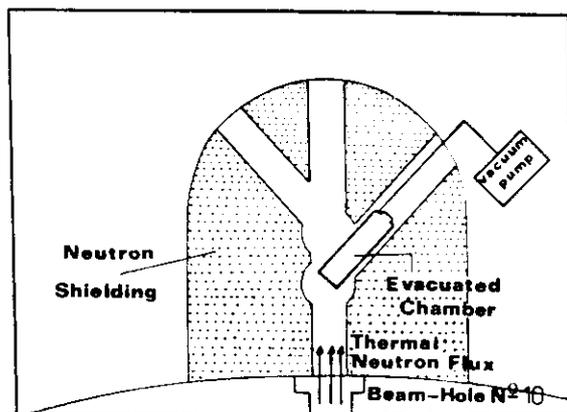


FIGURA 1

Na figura 2 é mostrada a câmara de irradiação utilizada contendo o alvo de urânio e as opções de posicionamento para o plástico Makrofol KG. O alvo de urânio foi confeccionado com U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, enriquecido em 93,15% do isótopo U-235, eletrodepositado em um disco de alumínio de 1 mm de espessura. Durante as irradiações a câmara

foi evacuada a uma pressão de  $10^{-3}$  torr a fim de que as perdas em energia dos fragmentos de fissão antes da incidência no filme fossem mínimas. (4) O melhor posicionamento obtido para o filme Makrofol KG dentro da câmara foi a 17,5 cm do alvo de urânio. Nesta posição a contribuição de traços inclinados produzidos pela incidência oblíqua dos fragmentos no filme foi inferior a 1%, indicando assim uma excelente geometria de colimação para os fragmentos de fissão, como pode ser visto na figura 3.

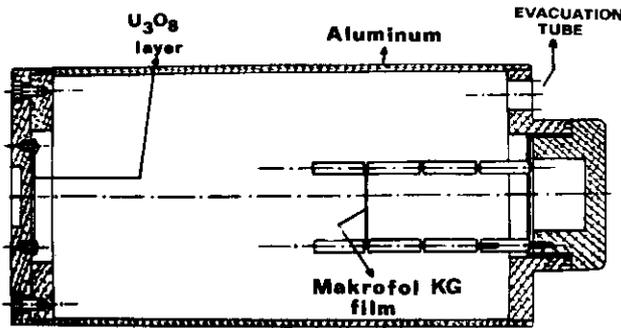


FIGURA 2

Um fato experimental importante no desenvolvimento de microfiltros de alta porosidade é a determinação das melhores condições de revelação química. Sabe-se (5) que com o aumento da dose de radiação ionizante recebida, a velocidade de ataque durante a revelação química também aumenta de forma considerável devido aos danos por radiação provocados no filme plástico. Assim, soluções diferentes, mais diluídas e em temperaturas menores que as empregadas na primeira etapa tiveram que ser estudadas para esta nova situação experimental. As melhores condições de revelação química obtidas foram: solução de NaOH, 6,25 N, a 45 °C para as membranas com porosidade da ordem de  $10^7$  poros/cm<sup>2</sup> e solução de NaOH, 5,0 N, a 35 °C para as membranas com densidade de poros em torno de  $10^8$  poros/cm<sup>2</sup>. Como exemplo a figura 3 mostra um microfiltro produzido com as seguintes características: diâmetro de poros 0,6 µm e porosidade de  $10^7$  poros/cm<sup>2</sup>.

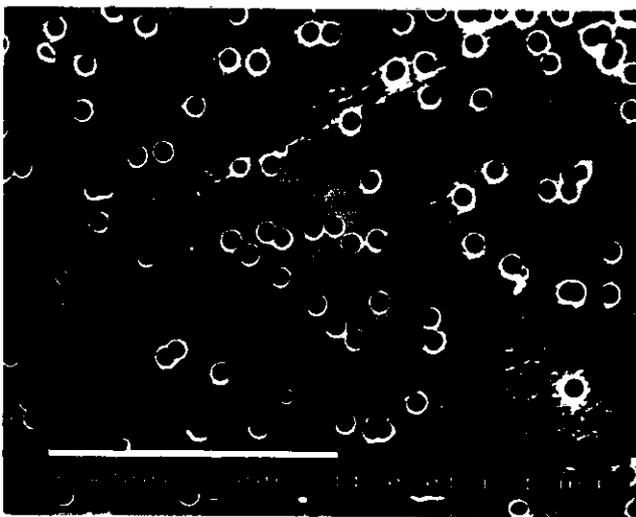


FIGURA 3

A curva de calibração diâmetro de poros versus tempo de revelação química obtida para os microfiltros com porosidade da ordem de  $10^7$  poros/cm<sup>2</sup> é apresentada na figura 4. Como pode ser visto, tempos de revelação variando entre 10 a 65 minutos são necessários para se obter membranas com tamanhos de poros no intervalo de 0,3 a 1,09 µm respectivamente, utilizando uma solução de NaOH, 6,25 N, a 45 °C.

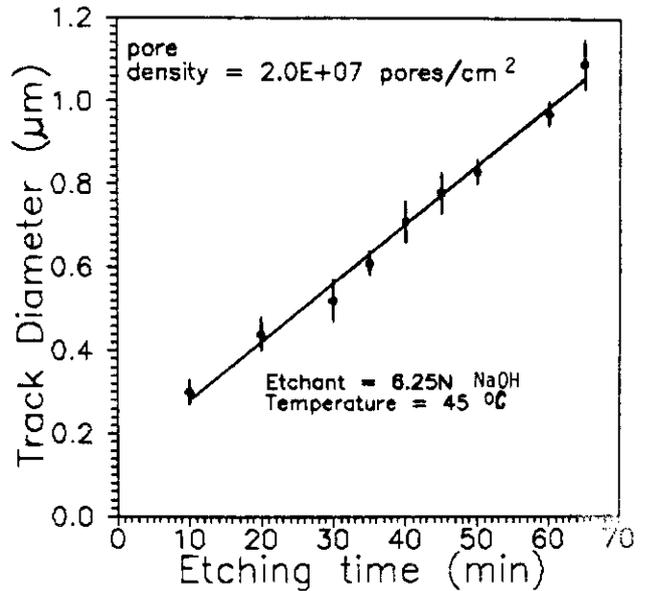


FIGURA 4

Na figura 5 é mostrada a curva de calibração diâmetro de poros versus tempo de revelação química obtida para os microfiltros com densidade de poros em torno de  $10^8$  poros/cm<sup>2</sup>. Neste caso, para se obter membranas com diâmetros de poros entre 0,15 µm a 0,50 µm são necessários tempos de revelação variando no intervalo de 35 a 90 minutos respectivamente, quando a solução empregada for de NaOH, 5,0 N, a 35 °C.

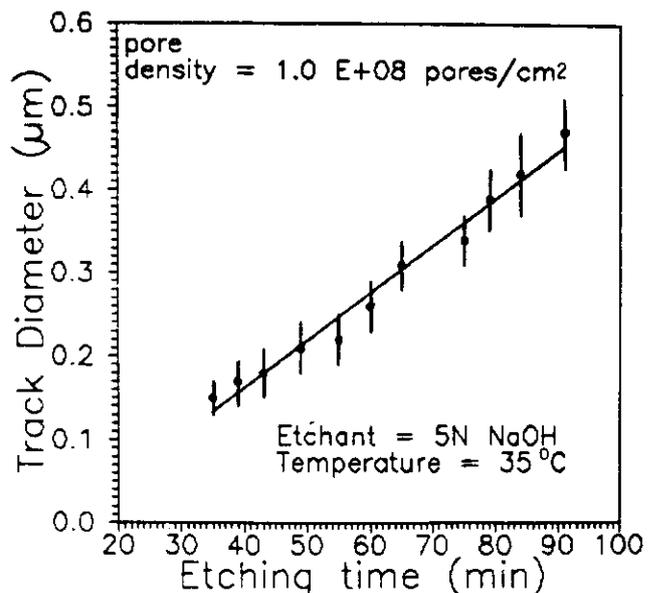


FIGURA 5

## CONCLUSÃO

Neste trabalho foi estabelecida a metodologia para a obtenção de microfiltros nucleares com porosidade de  $10^7$  poros/cm<sup>2</sup> e  $10^8$  poros/cm<sup>2</sup>, abrangendo todo o intervalo de diâmetro de poros entre 1,0 a 0,1  $\mu$ m. As características essenciais destes microfiltros foram avaliadas e mostraram estar em bom acordo com os importados e comercialmente conhecidos por Nuclepore(6).

## REFERÊNCIAS

- [1] Yamazaki, I.M., Geraldo, L.P. "Desenvolvimento de Microfiltros Nucleares Utilizando a Técnica do Registro de Traços de Fissão". Publicação IPEN 319, outubro/1990.
- [2] Fleischer, R.L., Price, P.B., Walker, R.M. "Nuclear Tracks in Solids - Principles and Applications". Berkeley, University of California Press, 1975.
- [3] Fleischer, R.L., Price, P.B., Symes, E.M. "Novel Filter for Biological Materials". Science, 143: 249-50, 1964.
- [4] Fleischer, R.L., Price, P.B., Walker, R.M. "Method of Forming Fine Holes of Near Atomic Dimensions". Rev. Sci. Instrum. 34(5):510-12, 1963.
- [5] Pai, H.L., Phillips, C.R. "Use of the Thin Dielectric Track Detector as Particle Discriminator". Rev. Sci. Instrum., 48(2):61-3, 1977.
- [6] Nuclepore Corporation catalogue. Products for laboratory process filtration. Pleasanton, California, 1988.

## ABSTRACT

Nuclear microfilters with porosity around  $10^7$  and  $10^8$  pores/cm<sup>2</sup> and mean hole diameters in the range from 0,1 to 1,0  $\mu$ m have been produced using the fission track registration technique in Makrofol KG foils (10 $\mu$ m thickness). These polycarbonate films were irradiated by a collimated beam of fragments produced in U-235 fission with thermal neutrons of the IEA-R1 reactor. The best chemical etching condition were obtained, with sodium hydroxide solutions of 6,25 N at 45 °C and 5,0 N at 35 °C for pore densities of approximately  $10^7$  and  $10^8$  pores/cm<sup>2</sup> respectively.