

PREPARAÇÃO DE MICROESFERAS DE ÓXIDOS MISTOS,
URÂNIO-GADOLÍNIO, URÂNIO-CÉRIO E URÂNIO-LANTÂNIO
PELO PROCESSO SOL-GEL

ROCHA, S.M.R.; MENDES, A.C.N.; AQUINO, A.R.

Comissão Nacional de Energia Nuclear
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
São Paulo - Brasil

RESUMO

Descreve-se a aplicação do processo sol-gel de geleificação interna, na preparação de microesferas de óxidos mistos urânio-gadolínio, urânio-cério e urânio-lantânio.

Tomando-se por base o trabalho de Forthmann e Blass /1/, de aplicação do processo hidrolítico sol-gel de geleificação interna, para a fabricação de óxido misto de urânio e plutônio, assim como, o trabalho de Rodrigues e colaboradores /2/ sobre a relação entre o teor dos reagentes e suas propriedades na preparação de microesferas de alumina, desenvolveram-se experimentos com o propósito de preparar óxidos mistos de diferentes lantanídeos dispersos em matriz de urânio.

Experimentos, em escala de laboratório, mostraram que a preparação de óxidos mistos de actinídeos/lantanídeos por coprecipitação, provoca a precipitação fracionada dos respectivos hidróxidos. A homogeneização mecânica é necessária para evitar a formação de camadas de diferentes concentrações dos actinídeos e dos lantanídeos. A formação de camadas é mais acentuada quando a concentração da fase dispersa, fase lantanídeo, excede o valor de 5% da massa de urânio.

A utilização do processo hidrolítico, sol-gel de geleificação interna, possibilita o trabalho com maiores concentrações da fase dispersa, a fase lantanídeo, em função da menor mobilidade das partículas em um sistema coloidal. A precipitação dos hidróxidos ocorre no interior da esfera, de forma quantitativa em relação aos constituintes metálicos.

Verificou-se, em laboratório, diversas composições para a fase sol, obtendo-se a melhor resposta na seguinte composição:

50 g de nitrato de urânio hexahidratado
12 g de uréia
30 g de hexametileno tetramina
25 g de água
2,5g de óxido de cério ou de lantânio ou de gadolínio

O sol, solução coloidal de urânio, uréia, hexametileno tetramina, água e o respectivo lantanídeo, é mantido a cerca de 4°C, sob agitação, durante duas horas para a formação dos complexos, sem a ocorrência da geleificação. O sol é, então, transferido para um sistema de injeção sob pressão, com temperatura controlada. A solução coloidal é espargida em banho de óleo de soja, a 95°C, contido em coluna de vidro, mediante a utilização de um bico injetor apropriado e provido de um sistema de vibração eletromagnética. Este sistema evita a formação de um jato sólido, incompatível com a produção das microesferas. Estas, assim

810 Reunión Anual de la Asociación
Argentina de Física

obtidas, mantém a sua forma por ação da tensão superficial. Recolhem-se as esferas em balão, na base da coluna, por diferença de densidade com a fase orgânica imiscível.

As esferas resfriadas a temperatura ambiente são lavadas, inicialmente, com tetracloreto de carbono, em quatro operações consecutivas usando-se 250 mL do solvente. O objetivo é a retirada do óleo que impregna as esferas. Em seguida, lava-se com cloreto de amônio, também em quatro operações, para a retirada do nitrato, da uréia e do excesso de hexametilenotetramina.

Após a primeira lavagem, o produto apresenta-se translúcido e de cor alaranjada, passando a opaco e de coloração variada após a lavagem com cloreto de amônio. A coloração dependerá, fundamentalmente, do lantanídeo associado ao urânio.

Finalmente, as esferas são lavadas por mais quatro vezes com água destilada. Encerradas as lavagens, as esferas são submetidas à secagem em bandeja, ao ar, por 24 horas. Segue-se uma secagem em estufa, nas primeiras 12 horas, a 60°C, e por mais 12 horas a 120°C, obtendo-se o xerogel, esferas de hidróxidos mistos secos.

As esferas do xerogel são submetidas a tratamentos térmicos diferenciados de acordo com a aplicação posterior.

Para avaliação da composição e da qualidade das microesferas preparadas utilizam-se as seguintes técnicas:

- fluorescência de raios-X para determinação do teor de urânio e lantanídeo,
- microscopia eletrônica para verificação da homogeneidade de fase.

Os resultados obtidos mostram que o processo é viável para a obtenção de óxidos mistos com qualidade de homogeneidade e em composição adequada ao uso.

A competência na obtenção de óxidos mistos é substrato de enorme interesse para o programa em desenvolvimento na Coordenadoria de Tecnologia Química do IPEN, cujo objetivo maior é o conhecimento das técnicas e processos para obtenção de óxidos mistos para aplicação em ciclos de reatores avançados.

Como coadjuvante da aplicação principal e dentro do perfil de atuação do IPEN, esta tecnologia atende às necessidades de obtenção de novos materiais, mais especificamente, na área de supercondutores, ímãs permanentes e catalisadores.

BIBLIOGRAFIA

1. Rocha, S.M.R.; Aquino, A.R.; Zacharias, M.A.; Rodrigues, J.A.J. Preparação de microesferas de alumina pelo processo sol-gel, relação entre o teor dos reagentes e suas propriedades. Ecl. Quim.; 15, 41 (1990).
2. Forthmann, R; Blass, G. Fabrication of uranium-plutonium oxide microspheres by the hydrolysis process. J.Nucl. Mat.; 64, 275 (1977).