

# Caracterização e Quantificação de Fases de Alumina e Zircônia por Difractometria de Raios-X, como Material Adsorvedor em Geradores de Tecnécio - 99m

Amon Solano Lopes Ribeiro e Rafael Henrique Lazzari Garcia  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares -IPEN

## INTRODUÇÃO

A alta capacidade de adsorção da alumina e zircônia, sintetizados via template justificam sua aplicabilidade em colunas cromatográficas de geradores Mo99/Tc99m. Porém, a propriedade de adsorção depende das estruturas cristalinas de cada composto. Desse modo, é necessário identificar e quantificar as fases dos materiais sintetizados. Assim, o foco do trabalho é baseado na caracterização destes materiais cerâmicos por meio da técnica de difração de raios X e posterior refinamento dos resultados pelo método de Rietveld, que permite a quantificação das fases cristalinas do material com boa acurácia e de maneira não-destrutiva.

## OBJETIVO

Caracterizar por difração de raios X as fases cristalinas da alumina e zircônia, sintetizadas pelo método template, para utilização como adsorvedores em colunas de geradores de radioisótopos.

## METODOLOGIA.

A síntese proposta para obtenção dos óxidos  $Al_2O_3$  e  $ZrO_2$  mesoporosos se baseia na utilização da auto-organização de moléculas de surfactante como template e um precursor do óxido de interesse. Para este trabalho, foram utilizados dois tipos de surfactante: F127 e L64. O surfactante é dissolvido à temperatura ambiente, sob agitação vigorosa, devendo ser adicionado o

sal (cloreto ou nitrato) ou alcoóxido precursor, junto com ácido clorídrico e ácido cítrico. A solução é mantida em estufa a  $68^\circ C$  por 48h, para que o solvente seja evaporado lentamente, havendo formação do gel e sua secagem. Após a secagem, o material deve ser calcinado, de forma a eliminar o surfactante em temperatura suficientemente adequadas ( $400-600^\circ C$ ).

Após essa calcinação para eliminação do template, o material é tratado em diferentes temperaturas (variando de  $800$  a  $1200^\circ C$ ), para estudo da evolução estrutural de morfologia quanto à fase cristalina.

Os pós foram analisados em difratômetro Bruker Advance D8, com tubo de cobre na potência de 1200W, com 20 segundos para cada passo de  $0,02^\circ$ , em faixa  $2\theta$  de  $14^\circ$  a  $90^\circ$ .

Com os difratogramas das fases cristalinas adquiridos, os dados são transferidos para softwares de refinamento, como GSAS [1] e TOPAS [2].

## RESULTADOS

Analisando o perfil dos picos de difração, pode-se observar que a estrutura do composto é mais desorganizada para amostras submetidas a tratamentos térmicos realizados em temperaturas mais baixas. Em temperaturas mais elevadas, a estrutura demonstra maior ordenação espacial. Este efeito da temperatura se deu tanto para concentrações menores do surfactante aplicado (5%), como para

concentrações maiores (20%). Este efeito foi observado para ambos os surfactantes [3].

Em relação ao surfactante F127, foi encontrada a fase gama quando tratado a 800°C, e as fases alfa, gama e teta quando tratado a 1200°C. Para o surfactante L64, a fase encontrada para as amostras tratadas a 800°C foi a gama e a 1200°C, a alfa.

Amostra	Surfactante	Concentração	Temperatura 2º tratamento
F_5_800	F127	5%	800°C
F_5_1200	F127	5%	1200°C
F_20_800	F127	20%	800°C
F_20_1200	F127	20%	1200°C
L_5_800	L64	5%	800°C
L_5_1200	L64	5%	1200°C
L_10_800	L64	10%	800°C
L_10_1200	L64	10%	1200°C

Tabela1.

## CONCLUSÕES

A análise de DRX permitiu a identificação das fases cristalinas de forma clara e objetiva. Pode-se notar a evolução cristalina das estruturas, de forma que dependendo da concentração de surfactante em que se está trabalhando, a estrutura irá se reorganizar de acordo com a temperatura de tratamento.

Após este estudo de evolução morfológica, testes de adsorção serão conduzidos e permitirão correlacionar as fases cristalinas e seus desempenhos na coluna.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] A. C. Larson and R. B. Von Dreele, "General Structure Analysis System (GSAS)," *Gen. Struct. Anal. Syst. LANSCE MS-H805 Los Alamos N. M.*, (1994).

[2] TOPAS v 4.2, Total Pattern Analysis Solution Software, Bruker AXS, Karlsruhe, Germany, (2009).

[3] DIFFRAC.EVA v.1.2, Software for phase identification and quantitative phase analysis, Bruker AXS, Karlsruhe, Germany. (2011).

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Bolsa de Iniciação Científica CNPq/PIBIC