



Voltar

## Avaliação da proporção entre reagentes na obtenção de microesferas cerâmicas por gelificação interna

Thiago de Oliveira Chagas e Luis Antonio Genova  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

### INTRODUÇÃO

Nas décadas de 70 e 80, vários estudos focaram-se no desenvolvimento de novas formas de combustíveis nucleares para os Reatores de Altas Temperaturas (HTR). As microesferas de óxidos metálicos hidratados utilizadas no tratamento de resíduos nucleares tornaram-se a nova forma de combustível, o triestrutural-isotrópico (TRISO), Figura 1. O núcleo consiste numa microesfera cerâmica de óxido metálico, revestida por camadas de carbono pirolítico e carbetto de silício.<sup>[1,2]</sup>

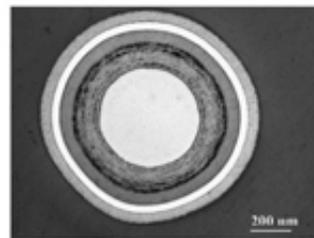


Figura 1 – Micrografia do Combustível TRISO.<sup>[1]</sup>

(HMTA) em altas temperatura. Os produtos da decomposição são formaldeído e amônia, esse último em água torna-se amônio, sequestrando íons  $H^+$  do meio e aumentando o pH. Como há uma taxa de decomposição em baixas temperaturas, a solução precursora das microesferas é resfriada até  $5^{\circ}C$ , depois essa é gotejada em uma coluna com óleo aquecido, onde através de tensões interfaciais há a transformação das gotas em microesferas, e no interior dessas ocorrem as reações do processo sol-gel.<sup>[3]</sup>

As características físico-químicas das microesferas, elevada esfericidade, porosidade, área superficial e homogeneidade em sua composição, propiciaram seu uso fora da área nuclear como catalisador e trocador iônico.

### OBJETIVO

Esse estudo visa impulsionar a aplicação das microesferas de óxido de alumínio como catalisador e trocador iônico.

As microesferas são produzidas pelo processo sol-gel, que se refere à conversão de uma suspensão coloidal (sol) em um sólido (gel) [2,3]. Uma solução contendo íons do metal desejado é convertida em sol, por uma alteração no pH, que transforma os íons em partículas de hidróxido insolúvel. A conversão do sol em gel deve-se por reações de condensação, que agregam as partículas em redes poliméricas inorgânicas. [2,3]

No caso das microesferas, a alteração de pH do processo sol-gel é proveniente da decomposição do hexametileno tetramina

adicionados 0,27 mols de nitrato de alumínio nonahidratado. Após completa homogeneização, a solução é gotejada, com o auxílio de uma seringa com agulha de 0,7 mm, em uma coluna preenchida com óleo de silicone aquecido (95°C). Após uma hora de envelhecimento, no próprio óleo de silicone, as microesferas são filtradas, depois lavadas com tricloroetileno, hidróxido de amônio e água por um intervalo 30 minutos quatro vezes cada e autoclavadas (135°C e 2atm) duas vezes por uma hora. Posteriormente, elas são secas em ambiente aberto por um dia e em estufa a 150°C por mais 24 horas e, por fim, são calcinadas (2°C/min até 700°C/1h).

A quantidade de água foi o foco de estudo, dessa forma variou-se a concentração da mesma, como apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição em moles das soluções precursoras das microesferas.

Amostra	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	HMTA	Ureia	Água
A (100%)	0,27	0,43	0,54	4,6
B (82,5%)	0,27	0,43	0,54	4,0

como catalisador e trocador iônico, melhorando as características físico-químicas do material, através da avaliação da proporção entre os reagentes precursores das microesferas, variando principalmente a quantidade de água, buscou-se o aumento da área superficial e porosidade.

## METODOLOGIA

A produção das microesferas de alumina começa com a preparação de uma solução aquosa de 0,54 mols de ureia, 0,43 mols de HMTA e água deionizada (5°C). Em seguida, a esta solução aquosa são

## CONCLUSÕES

A proporção entre os reagentes precursores das microesferas tem forte impacto nas características finais das microesferas de alumina. Amostras produzidas com menor volume de água apresentaram um aumento de área superficial específica, volume e diâmetro de poros, assim definindo uma relação inversamente proporcional entre essas características e o volume inicial de água.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] - Charollais, F.; Perrais, C. Latest achievements of CEA and AREVA NP on HTR fuel fabrication, Nuclear Engineering and Design, v. 238, n. 11, p. 2854-2860, 2008.

[2] - Hunt, R.D.; Collins, J.L. Uranium kernel formation via internal gelation. Radiochimica Acta, v. 92, n.12, p. 909-915, 2004.

[3] - Hench, L.L.; West, J.K. The sol-gel process. Chemical Reviews, v. 90, n. 1, p. 33-72, 1990.

C (75,0%)	0,27	0,43	0,54	3,8
D (67,5%)	0,27	0,43	0,54	3,6

## RESULTADOS

As amostras produzidas foram caracterizadas por adsorção e dessorção de nitrogênio. Os resultados estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Relação entre a quantidade de água com a superfície superficial, porosidade e diâmetro de poros.

Experimento	$S_{BJH}$ (m <sup>2</sup> /g)	$V_{poros}$ (cm <sup>3</sup> /g)	$\varnothing_{poros}$ (Å)
A [4,6]	193	0,42	61
B [4,0]	218	0,60	83
C [3,8]	207	0,68	131

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq

[Voltar](#)