

Estudo de Variáveis nas Lavagens de Microesferas

Rodrigo de Souza Pontes e Luis Antonio Genova
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

As micro-esferas de cerâmica são amplamente utilizadas em diversas áreas como a nuclear, a farmacêutica, a química e também na área de biotecnologia. A obtenção delas é feita pelo método da solidificação interna (sol-gel) que permite o controle da porosidade, densidade e tamanho das mesmas.

Entretanto, a pesquisa apresenta alguns entraves sendo o principal deles as trincas que aparecem no momento da lavagem quando é feito o uso dos solventes orgânicos Tetracloreto de carbono (CCl_4), Tricloroetileno (TCE) ou Hexano que removem frações dos compostos orgânicos resultantes da reação de HMTA e uréia.

A lavagem das Micro-esferas

Atualmente a lavagem é feita da seguinte maneira: após o envelhecimento das micro-esferas em óleo de silicone elas são imersas em um dos solventes Tetracloreto de carbono (CCl_4), Tricloroetileno, ou Hexano, onde são mantidas por 60 minutos para que ocorra a extração do óleo da superfície. Esse processo de imersão é repetido até 4 vezes dependendo do controle e das variações da lavagem [1].

Em seguida, elas são mantidas, também por 60 minutos, em solução aquosa de NH_4OH que serve para a remoção do solvente utilizado inicialmente. Após esse procedimento, as micro-esferas são mantidas em água deionizada para a eliminação de resíduos de NH_3 . Por fim, elas são secas ao ar por um período de 24 horas e depois são levadas a uma estufa com

temperatura de 110°C podendo então ser calcinadas posteriormente.

No entanto, nessa fase de secagem e calcinação observa-se o aparecimento de trincas nas micro-esferas que podem ser decorrentes da eliminação dos resíduos orgânicos que não foram eliminados na lavagem. Em algumas publicações científicas Hunt [2,3] e co-autores defenderam que a etapa de lavagem poderia ser mais explorada eliminando a maior parte de composto orgânico possível para que evitasse, assim, a saída desses durante o processo de secagem e calcinação provocando as trincas.

A partir desse problema, constatou-se a necessidade de otimizar os processos de lavagem da micro-esferas relacionando eficiência da remoção dos compostos com algumas variáveis de controle como temperatura, tempo, tipo de solvente utilizado e quantidade empregada.

OBJETIVO

O trabalho tem por objetivo otimizar o processo de lavagem das micro-esferas de forma a reduzir o volume de solventes utilizados, conhecer o tempo de imersão das amostras e definir qual a melhor opção entre fervura e auto-clave para melhoramento do processo de remoção dos compostos orgânicos.

METODOLOGIA

Para a realização do experimento foi determinado alguns roteiros de lavagem das amostras de micro-esferas analisando algumas variáveis envolvidas no processo como tempo de imersão, temperatura da

água a o número de repetições de lavagem, conforme mostra a tabela abaixo.

Prop [ml/g]	Repetições	Tempo [min]	Temperatura [°C]
4	1	5	90
4	1	10	90
4	1	20	90
4	1	30	20
4	1	30	50
4	1	30	70
8	1	30	90
12	1	30	90
20	1	30	90

Tabela 1- Variáveis da lavagem.

A tabela 1 mostra a variação da quantidade de água por gramas de micro-esferas, além da variação do tempo de fervura e as variações de temperatura da água.

Também foi realizado um experimento onde mantivemos constante a temperatura e o tempo de imersão. Conforme mostra a tabela 2.

Prop [ml/g]	Repetições	Tempo [min]	T [°C]
4	1	5	90
4	2	5	90
4	3	5	90
4	4	5	90
4	5	5	90
4	6	5	90
4	7	5	90
4	8	5	90

Tabela- 2 Variação das repetições de lavagem.

Esse mesmo procedimento foi feito variando-se o tempo de fervura mantendo-se a temperatura a 90°C durante todo o processo.

Feito esses procedimentos trabalhando com as variáveis, foram recolhidas amostras das águas utilizadas na lavagem para a realização da análise de condutividade elétrica da água, cujos resultados detectam a eficiência do tipo de lavagem na remoção do composto orgânico.

RESULTADOS

Os resultados obtidos foram relacionados às medidas de condutividade elétrica, apenas. Esperávamos resultados como a medida do pH mas não foi possível devido indisponibilidade do phmetro no laboratório. Além disso, outros experimentos estão sendo realizados e por isso os resultados não constam nesse relatório pois ainda não dispomos dos mesmos.

CONCLUSÕES

A lavagem das micro-esferas tem relação direta com o aparecimento de trincas durante o processo de secagem e calcinação devido a saída de compostos orgânicos presos na estrutura das esferas. Existe no processo de lavagem um limite de retirada dos resíduos que fornece-nos um numero de repetições de troca de água ideal para a redução do aparecimento de trincas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Christie.M. Charles, *Variaveis do processo de produção de microesferas de alumina para aplicação em coluna de eluição*, IPEN (2012).
- [2] R.D.Hunt a, J . D . Hunn, J. F. Birdwell, T . B . Lindemer, J . L . Collins.,2010. *The addition of silicon carbide to surrogate nuclear fuel kernels made by the internal gelation process*, ORNL/TM, 401 p. 55-59.
- [3] R. D. Hunt , F.C. Montgomery , J.L. Collins, 2010, *Treatment techniques to prevent crackink of amorphous microspheres made by the internal gelation process. Journal of Nuclear Materials* ORNL/TM, 405 p.160- 164.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – **CNPq**