

# Adição de Polímeros à Síntese de Microesferas Cerâmicas por Gelificação Interna

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

## INTRODUÇÃO

O surgimento dos Reatores de Altas Temperaturas (HTR) trouxe a necessidade de desenvolvimento de novas formas de combustíveis nucleares. Como solução, conceberam-se as microesferas cerâmicas. Microesferas são cerâmicas de óxidos metálicos. Entre suas principais características temos:

- Elevada esfericidade.
- Homogeneidade na composição.
- Tamanhos próximos de 500 $\mu$ .
- Elevada porosidade.
- Alta área superficial.

Há diversos métodos de produção de microesferas, classificando-as em via seca (compactação do pó) e via úmida (processo sol-gel). Subdividiu-se a última em gelificação externa e interna.

Em resumo, o método de gelificação interna, consiste no gotejamento de uma solução aquosa contendo hexametilenotetramina (HMTA), ureia e íons metálicos do óxido desejado, em um líquido imiscível aquecido. Com o aquecimento, ocorre a decomposição do HMTA em formaldeído e amônia, ocorre o aumento do pH, e a consequente precipitação/gelificação da gota da solução, formando esferas de hidróxido metálico. Estas em seguida, passam por processos de remoção de materiais orgânicos, seguidos de secagem e, por fim, calcinação, garantindo como produto final, microesferas do óxido metálico.

A adição de polímeros como elementos formadores de poros é uma prática usual para a produção de corpos cerâmicos porosos. Durante a calcinação desses materiais há a eliminação do orgânico, e os

espaços antes ocupados por estes, se tornam poros. Assim, o controle da adição de materiais orgânicos pode ser uma forma de se controlar as características dos poros formados.<sup>[1,2]</sup>

Neste trabalho, foram adicionados polímeros à composição das microesferas. São eles:

- PVA – álcool polivinílico, polímero conhecido por formar redes macromoleculares e tridimensionais, trazendo alta resistência mecânica e absorção de grandes quantidades de água, por este motivo, caracterizado como um hidrogel.<sup>[3]</sup>
- Amido – polissacarídeo com capacidade de formar um gel e se expandi em contato com a água.<sup>[1,2]</sup>
- Albumina – proteína usada como agente gelificante e espumante em suspensões cerâmicas, e quando aquecida forma uma estrutura entrelaçada, termicamente irreversível.<sup>[1]</sup>

## OBJETIVO

Promover modificações nas características físicas (aumento da área superficial e controle da porosidade) de microesferas cerâmicas, por meio da adição de polímeros à solução empregada no processo de gelificação interna.

## METODOLOGIA

Os estudos estão sendo realizados com microesferas à base de alumina, por serem consideradas modelos para o processo de gelificação interna. Uma mistura de 0,54 mols de ureia, 0,43 mols de HMTA e 4,6 mols de água, foi resfriada em 5°C, em

banho termostático. A esta solução aquosa foram adicionados 0,27 mols de nitrato de alumínio nonahidratado ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ). Após completa homogeneização, adicionou-se o polímero desejado, de forma a obter-se porcentagens de 5 – 20 em relação à massa final de óxido ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) obtido. Tal solução foi gotejada, com o auxílio de uma seringa com agulha de 0,7 mm, em uma coluna preenchida com óleo de silicone aquecido, entre 90 a 100°C. Após uma hora de envelhecimento no próprio óleo de silicone, as microesferas foram filtradas.

A etapa seguinte de retirada dos materiais orgânicos (óleo e substâncias que não reagiram) consistiu em:

- 1) 4 lavagens com tricloroetileno (TCE), por um intervalo 30 minutos cada.
- 2) 4 lavagens com hidróxido de amônio (0,5M) , por um mesmo intervalo de tempo.
- 3) 4 lavagens com água, por intervalo de tempo idêntico.
- 4) 2 processos de autoclave, durante uma hora, que ocorreram a 135°C e 2 atm.

Após isso, as microesferas passaram pelo processo de secagem ao ar por 24 horas e, posteriormente, em uma estufa a 150°C, por um mesmo período de tempo. Por fim, elas foram calcinadas a 700°C. Até o momento, foram produzidos 12 lotes de microesferas, variando-se os polímeros e as quantidades adicionadas.

A caracterização das amostras será realizada através de três análises:

- Análise termogravimétrica para identificar a temperatura de eliminação do polímero.
- Porosimetria de mercúrio e área superficial por adsorção (BET)
- Microscopia óptica para análise do tamanho e esfericidade das microesferas.

## RESULTADOS

Resultados preliminares mostram que a adição de polímeros às microesferas é uma técnica adequada para o controle de suas características físicas. Porém, há limitações quanto à quantidade máxima de polímero adicionado, pois estes interferem na viscosidade da solução a ser gotejada.

## CONCLUSÕES

A produção de microesferas pelo processo de gelificação interna com a adição de polímeros permite o controle da porosidade das mesmas, apesar de se ter limitações relacionadas às características do polímero empregado.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Mesquita, R.M. *Desenvolvimento de cerâmicas porosas à base de Nitreto de Silício*. 2009. 99f. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2009
- [2] CAMPOS, E. de; HEIN, L. R. O. Obtenção e análise de cerâmicas porosas com amidos comerciais. In: 45º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 2001, Florianópolis. **Anais**. Florianópolis: Associação Brasileira de Cerâmica, 2001.
- [3] Rodrigues, I.R. *Síntese e Caracterização de Redes Poliméricas a base de Quitosana com PVP e PVA para aplicação na liberação controlada de fármacos*. 107f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Materiais) Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2006

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNEN e CNPq.