

CONSOLIDAÇÃO DA SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE MICROESFERAS DE AÇO INOX PELO PROCESSO SOL-GEL

Felipe Wallysson Ferreira de Oliveira e Armindo Santos
Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN

INTRODUÇÃO

A pesquisa e desenvolvimento (P&D) de novos conceitos de combustíveis nucleares e/ou de reatores nucleares buscam, atualmente, melhorar o desempenho operacional das centrais nucleares, de modo a tornar o custo da geração elétrica, a partir de fonte nuclear, bastante competitivo [1-3]. Daí o interesse por combustíveis do tipo cermet. É conveniente salientar que o termo cermet é amplo e designa um material composto de uma fase cerâmica e de uma fase metálica [4]. No presente trabalho, o interesse mediato é nas pastilhas do cermet UO_2 -Aço inox. Já o interesse imediato é na consolidação do procedimento de obtenção de microesferas de aço inox, via Processo sol-gel monodispersas e com diâmetro médio de 100 μm .

OBJETIVO

Obter e caracterizar microesferas de Fe-Ni-Mn-Cr-Si, na composição característica de um aço inox 304: $69,75\%Fe^0-9\%Ni^0-1,5\%Mn^0-19\%Cr^0-0,75\%Si$.

METODOLOGIA

Preparar solução de Fe, Mn, Ni e Cr parcialmente neutralizada (com concentração menor que 0,84 mol Fe/l \cong 47 gFe/l, a partir dos respectivos nitratos de Fe, Mn, Ni e Cr mais a uréia); Preparar solução de álcool polivinílico (PVA); Adicionar os aditivos etanol e octanol bem como a solução PVA à solução de ferro+uréia (solução de alimentação); Homogeneizar a solução de alimentação;

Formar microgotas desta solução com o bocal de 287 μm ; Promover a transformação sol-gel nas microgotas com auxílio da amônia gás e da solução NH_3 min. 25%; Realizar tratamento hidrotermal nas microesferas hidrogel de Fe-(Cr,Ni,Mn,Si) em temperaturas de até 180 $^{\circ}\text{C}$; Lavar as microesferas resultantes; Secar estas microesferas a $\sim 30^{\circ}\text{C}/12\text{ h/ar}$; Reduzir as microesferas óxidas de Fe-(Mn, Ni,Cr,Si) em temperaturas entre 400 e 1415 $^{\circ}\text{C}/H_2/2\text{h}$; e Caracterizar as microesferas resultantes: fases presentes (Difração de raios X, DRX); diâmetro e aspectos morfológicos (Microscopias ótica e eletrônica de varredura (MEV)) e análise elementar (Espectroscopia de raios X de energia dispersiva, EDX).

RESULTADOS

Desenvolvemos, com sucesso, o procedimento de obtenção de microesferas metálicas de aço inox via Processo Sol-gel. Na literatura pesquisada não há nenhuma referência da obtenção de tais microesferas por um processo químico por via úmida como este, o que sugere o ineditismo do desenvolvimento e seu pedido de patente.

De acordo com o procedimento desenvolvido, podemos obter microesferas de Fe-Elementos de liga, sendo os elementos de liga pesquisados o Cr, Ni, Mn e Si. Estes elementos de liga podem ser introduzidos nos teores desejados, porque foi possível inibir a presença de complexos solúveis deles na etapa de lavagem das microesferas hidrogel. Esta inibição é conseguida com uma cuidadosa degradação térmica dos referidos complexos destes elementos em

temperaturas de até 180 °C. Assim, microesferas de aço inox podem ser obtidas monodispersas, com distribuição estreita de diâmetro e diâmetro médio de 100 µm (veja Figuras 1a,b,c,d), bastando para isto controlar os teores dos elementos metálicos na dispersão coloidal de partida e realizar a redução dos óxidos metálicos em temperaturas de até 1250 °C, sob atmosfera de hidrogênio.

Uma temperatura de redução da ordem de 1400 °C, próxima, portanto, da temperatura de fusão de aço inox dos tipos 304 e 316 (1420-1440 °C), é requerida para se ter microesferas metálicas sem a presença de escória (caracterizada por uma mistura de óxidos não reduzidos e representada por $((Ni, Cr, Mn, P, S)_2SiO_4)$).

Com a conclusão deste desenvolvimento, garantimos o sucesso da pesquisa embutida no objetivo mediato já referido e representado pela obtenção de pastilhas do cermet UO₂-Aço inox.

CONCLUSÕES

O Processo sol-gel foi usado, com sucesso, para obter microesferas de aço inox. Podemos obter microesferas com a composição projetada, isto é, desde microesferas de ferro ligas como Fe-Ni até microesferas de aço inox do tipo 304, contendo Fe-Ni-Cr-Mn-Si e com o diâmetro médio de 100 µm.

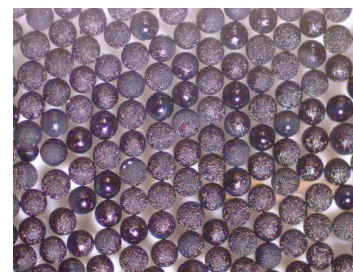
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1]INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Vienna: IAEA, 2003. (IAEA-TECDOC-1374).

[2]NIFENECKER, H. et al. **Progress in Particle and Nuclear Physics**, v. 43, p. 683-827, 1999.

[3]DE MATTOS, J. R. L.; DIAS, M. S. CNEN/CDTN, 2007. (CDTN-960/2007).

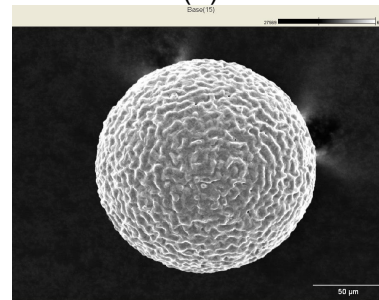
[4]KRISHNAIAH, M. V. et al. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 353, p. 315-321, 2003.



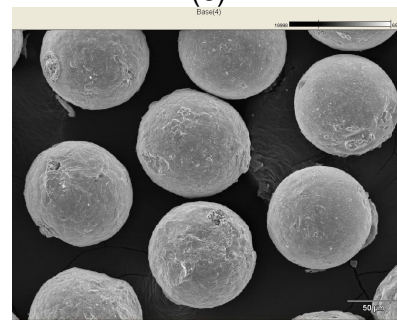
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 1 Microscopia das microesferas de aço (a) secas, ótica; (b) reduzidas a 1250 °C, ótica; (c) reduzidas a 1250 °C, MEV, 160 µm; e (d) reduzidas a 1250 °C, MEV, 105 µm.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq