



OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DEL TeO_2 MEDIANTE TÉCNICAS ANALÍTICAS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO Y DE BAJO VACÍO

Guadalupe Plata Díaz, José Alanís Morales, María del Carmen Zepeda Mondragón
Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Depto. de Materiales Radiactivos, Carretera México-Toluca Km. 36.5, Ocoyoacac Edo. de México, C. P. 52045.
E mail: luplady@hotmail.com, jam@nuclear.inin.mx, nemrac_12@yahoo.com.mx

RESUMEN

Este trabajo tiene como objetivo la obtención y caracterización del TeO_2 (dióxido de telurio) el cual es usado como materia prima en la producción del radionúclido yodo-131. La síntesis del TeO_2 se lleva a cabo mediante la oxidación del telurio elemental con HNO_3 (ácido nítrico) concentrado en presencia de aire. En este trabajo se estudia principalmente el efecto causado por la variación de la temperatura puesto que la presión se mantiene constante durante el tiempo de reacción. Para la caracterización del TeO_2 se emplea la técnica de microscopía electrónica de barrido de bajo vacío. Los estudios hasta el momento, nos indican que el proceso de síntesis tiene una eficiencia alrededor del 85%, en los espectrogramas se observa una estructura cristalina tetragonal, y el tamaño de grano es aproximadamente de $9\mu\text{m}$.

1. INTRODUCCIÓN

El dióxido del telurio (TeO_2) es un cristal que se utiliza en dispositivos acusto-ópticos, este material ofrece alta homogeneidad óptica así como la absorción y dispersión de la luz corta.

Este trabajo trata de la obtención y sinterización del TeO_2 con la finalidad de emplearse como materia prima para la producción del radionúclido trazador yodo-131 (^{131}I), que se emplea en el área de la medicina. El ^{131}I es un radiofármaco que sirve para observar el funcionamiento de la glándula tiroides, por ende el TeO_2 debe reunir ciertas características fisicoquímicas, es decir un alto grado de pureza, para evitar que no sea dañino a los pacientes que ingieren ciertas dosis de ^{131}I .

El dióxido de telurio se obtiene a partir de la reacción entre el telurio elemental y ácido nítrico concentrado en presencia de aire en un sistema cerrado. Para observar el efecto de la temperatura sobre la velocidad de reacción en la obtención del TeO_2 , es necesario llevar a cabo la reacción a diferentes temperaturas manteniendo constante el flujo de aire y el caudal de agua de enfriamiento. Mediante las técnicas de microscopía electrónica de barrido de bajo vacío se obtiene la caracterización para el TeO_2 pulverizado y sinterizado a dos diferentes temperaturas. Para que exista mayor captación de ^{131}I es necesario hacer que el TeO_2 presente mayor porosidad, esto se logra con el proceso de sinterizado. El sinterizado del TeO_2 , es importante, porque mediante la formación de poros internos, que se forman durante el proceso de sinterizado, es posible capturar, el ^{131}I que se produce durante su irradiación en el reactor nuclear.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

En la síntesis de TeO_2 se emplea telurio (Te) elemental marca Merck con una composición de: Te (telurio) 99%, Cl (cloro) 0.05%, S (azufre) 0.01% y Se (selenio) 0.05%, ácido nítrico (HNO_3) concentrado, hidróxido de sodio (NaOH) como solución dilutora con una concentración 0.1N.

El equipo (Fig 1), esta integrado por: reactor tubular de vidrio, horno eléctrico, refrigerante, dos dilutores verticales, conectados en serie, bomba de vacío, manómetro, controlador de temperatura y accesorios tales como mangueras, llaves, termopar tipo k, etc. Las técnicas usadas para la caracterización del TeO_2 son: microscopía electrónica de barrido (MEB) y de bajo vacío (MEBBV) donde se obtiene: tamaño de grano y de poro, forma del grano, composición cuantitativa y cualitativa. Para la titulación de las alícuotas extraídas del segundo dilutor de cada experimento se emplea la técnica ácido-base, para determinar el % volumétrico de HNO_3 en función del tiempo de reacción. Para la realización de estudios cinéticos, se emplea la técnica de titulación en alícuotas extraídas durante el transcurso de la reacción en el segundo dilutor del equipo de obtención de TeO_2 . Con estos estudios cinéticos de la reacción y caracterización del TeO_2 , es suficiente par obtener el ^{131}I con un mejor rendimiento y alta pureza química.

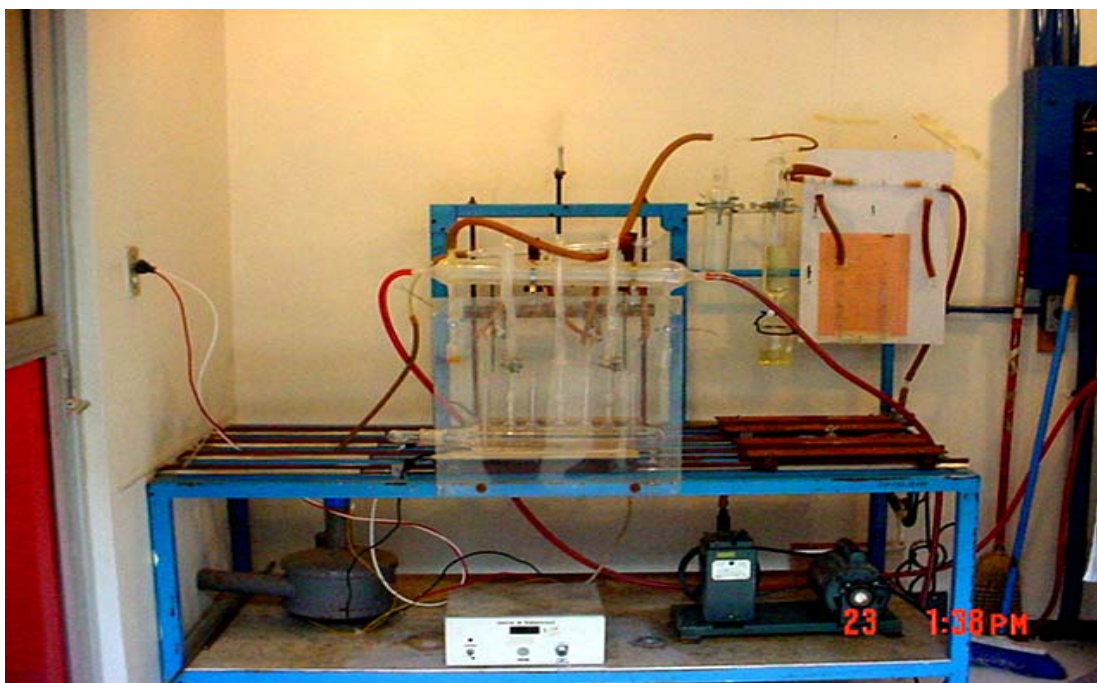


Fig. 1. Proceso de obtención de TeO_2

4. PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DEL TeO_2

Es necesario que el reactor, donde tiene lugar la reacción entre el Te y HNO_3 , se mantenga limpio y seco; así como inspeccionar el ensamble del equipo para evitar fugas ya que desde el inicio de la reacción hay desprendimiento de vapores. El primer paso para llevar a cabo la reacción de oxidación es colocar 15g de Te en forma de polvo en el reactor tubular situado sobre el horno eléctrico y añadir rápidamente 70ml de HNO_3 . Después de cerrar el reactor perfectamente se incrementa lentamente la temperatura hasta alcanzar la requerida y controlar la reacción. El aire que entra en el reactor oxida lentamente al Te y el refrigerante, que esta unido directamente al reactor, condensa una gran cantidad de HNO_3 evitando que escapen los vapores de NO_2 producidos. Se requirió un 106 % de exceso de HNO_3 para asegurar que la reacción se complete, el tiempo de reacción es de aproximadamente de

2.5h, durante este tiempo se sacan alícuotas de uno de los dilutores en periodos de 15min entre cada extracción. El calentamiento se continúa para recuperar el producto lo más seco posible e incrementar el rendimiento de la reacción.

Después de completar la reacción se desconecta el controlador de temperatura, se para el burbujeo y el reflujo de agua del refrigerante, finalmente se deja enfriar el reactor a temperatura ambiente.

Para eliminar las impurezas del TeO_2 se introduce en una estufa a 36°C por 24h, posteriormente en una mufla a 600°C también durante 24h. El TeO_2 seco que se extrae del horno se pulveriza y se pesa para conocer el rendimiento de la reacción. El TeO_2 pulverizado se divide en dos partes una para realizar los estudios de caracterización mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido de bajo vacío, y la otra para hacer un lingote mediante el proceso de sinterizado, este se logra introduciendo una muestra de TeO_2 en un tubo de cuarzo y este a su vez en un horno automático a una temperatura de 700°C en un tiempo de 15min, después pasa al proceso de sinterizado. El sinterizado tiene como propósito generar poros internos donde se permita atrapar al ^{131}I en forma de gas.

5. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

Debido a que la reacción de oxidación entre el telurio y el ácido nítrico es exotérmica se observa desprendimiento de vapores los cuales en un principio son de color café oscuro mientras que en la fase terminal de la reacción estos van atenuándose a un color amarillo y son demasiado tóxicos puesto que provienen del NO_2 producido durante la reacción. A pesar de que la reacción es exotérmica después de 10 minutos, se incrementa la temperatura con ayuda del controlador por arriba de los 83°C ya que a esta se acentúa la descomposición del HNO_3 . El color que presenta el TeO_2 después de extraerlo del horno, en donde se terminó de secar a 600°C , es entre blanco y amarillo, pero cuando se pulveriza finamente se pierde el color amarillo quedando el producto totalmente blanco.



Fig. 2. TeO_2 pulverizado

Se obtuvo un rendimiento de reacción del 85% a pesar de que el proceso de obtención de TeO_2 se lleva a cabo en un sistema cerrado ya que se perdía una gran cantidad de producto al extraerlo del reactor.

Los espectros de las figuras 2 y 3, obtenidos mediante la técnica MEBBV, nos muestran las señales de oxígeno y telurio con energías características de las capas y subcapas del Te. En el caso del TeO_2 pulverizado se aprecia que el oxígeno se encuentra en 0.5KeV y el telurio en 3.8KeV con subniveles en 3.3, 4.1, 4.3, 4.6 y 4.8 KeV, este comportamiento se repite en el espectro para el TeO_2 sinterizado. En las figuras 4 y 5, obtenidas del MEB, se repite el comportamiento en cuanto a las energías del oxígeno y telurio. Con respecto a la forma de grano que presenta el TeO_2 , en las Figuras 8 y 9 se nota perfectamente que no es circular sino mas bien tetragonal ya sea pulverizado o sinterizado. Así mismo en las figura 7 se observa que existen espacios huecos (porosidad) en el TeO_2 sinterizado, puesto que en el pulverizado los gránulos se acomodan a azar

Las Figs. 10 y 11, tomadas en el MEBBV, muestran el tamaño de los granos mas pequeños de cada muestra estos miden alrededor de $7\mu\text{m}$. Sin embargo en la técnica MEB además de medir los granos también fue posible medir la porosidad, resultando un tamaño de grano aproximadamente de $11\mu\text{m}$ y un tamaño de poro para el TeO_2 pulverizado de $5\mu\text{m}$ mientras que para el sinterizado fue de $15\mu\text{m}$.

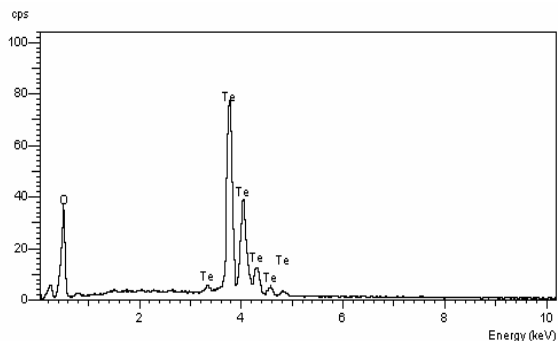


Fig.2. Espectro TeO_2 pulverizado, MEBBV

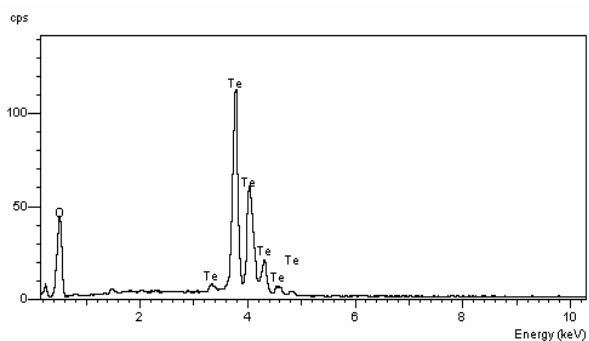


Fig.3. Espectro TeO_2 sinterizado, MEBBV

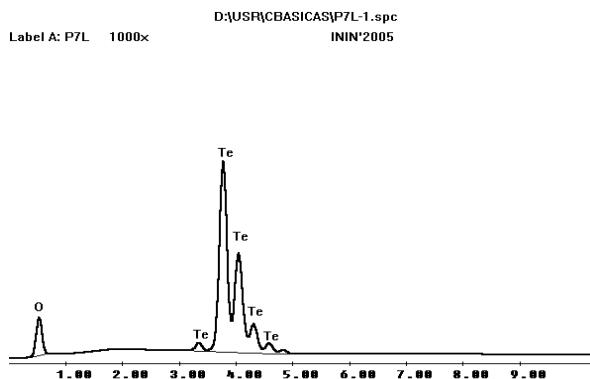


Fig.4. Espectro TeO_2 pulverizado, MEB

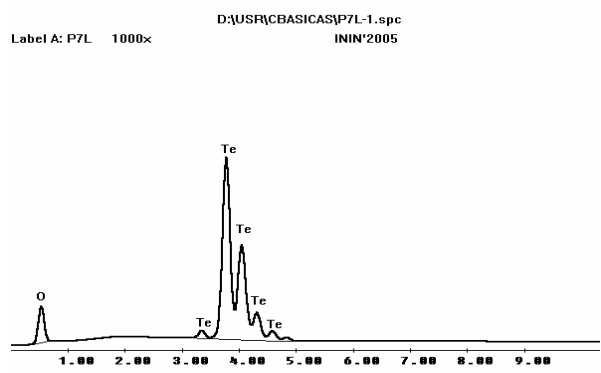


Fig.5. Espectro TeO_2 sinterizado MEB

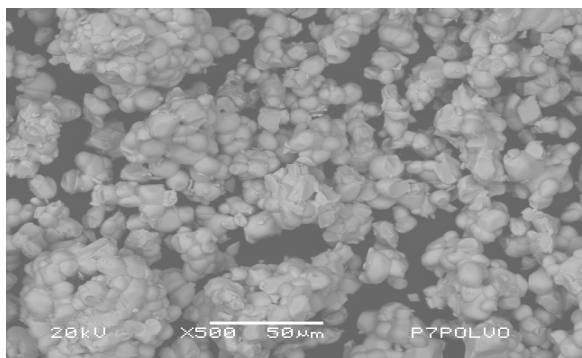


Fig.6. Porosidad TeO_2 pulverizado, MEBVV

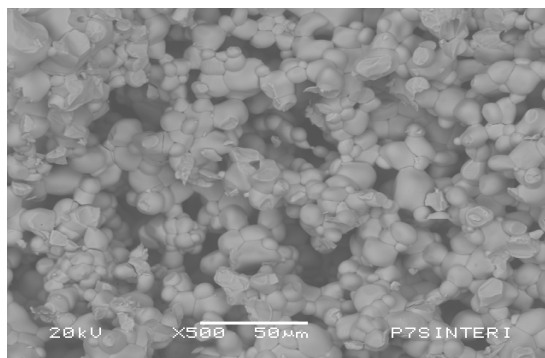


Fig.7. Porosidad TeO_2 sinterizado, MEBVV

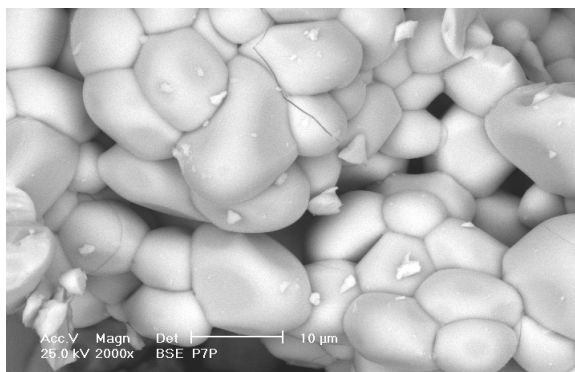


Fig.8. Porosidad TeO_2 pulverizado, MEB

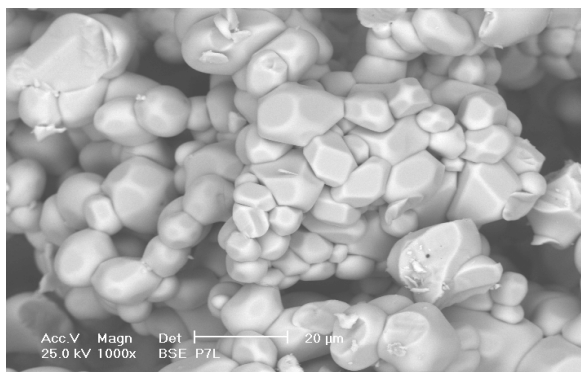


Fig.9. Porosidad TeO_2 sinterizado, MEB

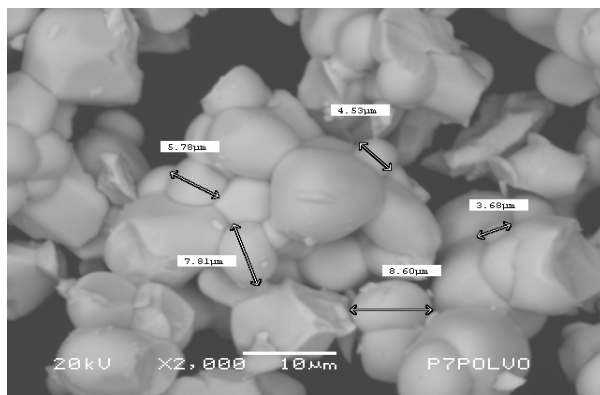


Fig.10. Diámetro gránulo TeO_2 pulverizado, MEBVV

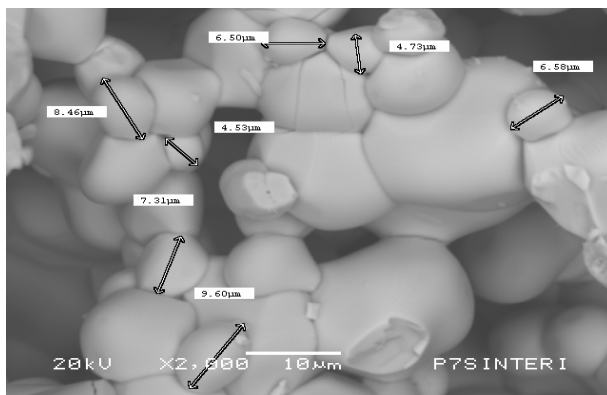


Fig.11. Diámetro granulo TeO_2 sinterizado, MEBVV

En la tabla 1 se enlistan las composiciones másicas obtenidas mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido y de bajo vacío para cada componente del TeO_2 , se puede notar que existe mayor porcentaje de telurio con respecto al oxígeno.



Elemento	Técnica MEB		Técnica MEBBV	
	TeO ₂ pulverizado	TeO ₂ sinterizado	TeO ₂ pulverizado	TeO ₂ sinterizado
Oxígeno	18.74	16.07	10.9	10.57
Telurio	77.23	80.09	89.1	89.43

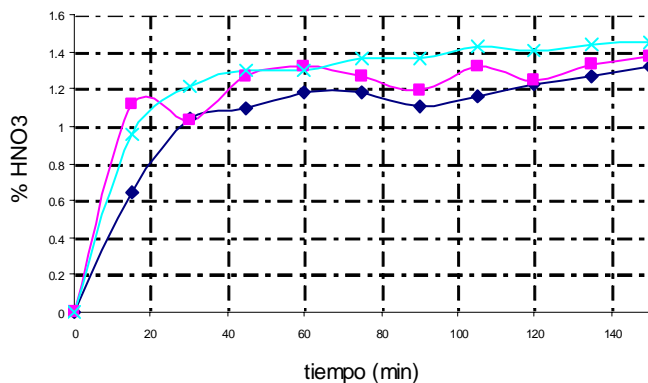
Tabla 1: Porcentaje másico de oxígeno y telurio en el TeO₂

La gráfica 1 nos muestra el comportamiento de la reacción a diferentes temperaturas, en donde se grafica %HNO₃ vs tiempo, el porcentaje volumétrico de HNO₃ contenido en cada alícuota se determina de acuerdo a la siguiente relación:

$$\% HNO_3 = \frac{m.e.q \times ml \times N}{P} \times 100$$

Donde: m.e.q. miliequivalentes de ácido nítrico
ml Volumen (ml) de NaOH 0.005N gastados en la titulación
N Normalidad del NaOH usado como titulante
P Peso de la muestra en volumen (ml).

Las curvas obtenidas nos indican que la velocidad de reacción se incrementa a medida que disminuye la temperatura, con respecto al tiempo. Una de las perturbaciones en la titulación ácido-base fue el cambio de concentración de la solución dilutora (NAOH 0.1N) entre cada experimento, ya que cada vez resultaba con mayor acidez. Es importante hacer notar que los experimentos se realizaron desde 225°C hasta 150°C.



Graf.1. Comportamiento de la reacción con respecto al tiempo



6. CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos en las técnicas empleadas para la caracterización del TeO_2 , se concluye que es un compuesto cristalino con una estructura tetragonal, y con un tamaño de grano aproximadamente de $9 \mu\text{m}$.

Con el dióxido de telurio sinterizado se maximiza la captación de ^{131}I en forma de gas. El análisis químico para el TeO_2 nos muestra que el telurio esta presente entre el 80 y 90%.

Finalmente es mejor llevar a cabo la reacción a bajas temperaturas debido a que a mayor temperatura se ve afectada la velocidad de reacción esto se constata en las figuras presentadas donde los granos se encuentran compactos.

REFERENCIAS

- F. Orozco D. "Análisis Químico Cuantitativo". Ed. Porrúa México 1989.
- G. Ayres." Análisis Químico Cuantitativo". Ed. HARLA, México 1970.
- M. Navarrete. "Introducción al Estudio de los Radioisótopos". Ed. Porcia, 2da edición. México 1993.
- J. Alanis M. "Tesis doctoral: Estudio de investigación y Optimización de los Parámetros del Proceso de Obtención de Yodo-131 del ININ". Universidad Nacional Autónoma de México. México, D.F. 2000
- <http://www.webelements.com/webelements/compounds/text/Te/O2Te1-7446073.html>