

CARACTERIZAÇÃO DAS FASES RICA EM GADOLÍNIO E
RICA EM URÂNIO EM PASTILHAS DE $(U,Gd)O_2$

CHARACTERIZATION OF GADOLINIUM RICH AND
URANIUM RICH PHASES PARTICLES IN $(U,Gd)O_2$ PELLETS

Ana Maria Matildes dos Santos
Ivan Dionizio Braga

Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN
Comissão Nacional de Energia Nuclear - CNEN
Rua Prof. Mário Werneck s/nº - Cidade Universitária - Pampulha
Caixa Postal 1941 - CEP 30161 - Belo Horizonte - MG - Brasil

RESUMO

A homogeneidade é uma caracterização importante no óxido misto $(U,Gd)O_2$. Esta é experimentalmente avaliada através de corte, lixamento, polimento e ataque colorido de amostras. A fase rica em gadolínio aparece na cor branca, a fase rica em urânio na cor azul e o óxido misto na cor marrom-amarelada. Para a análise da homogeneidade, a quantidade e o tamanho das partículas das fases são medidas numa seção polida da amostra.

ABSTRACT

Homogeneity is an important characterization of the $(U, Gd)O_2$ mixed oxide. It is experimentally assessed through cutting, grinding, polishing and color etching of samples. The Gadolinium rich phase is white, the uranium rich phase is blue and the mixed oxide is brownish-yellow. To analyse the homogeneity, the amount and size of phases particles are measured on the polished section.



1. INTRODUÇÃO

A incorporação de um absorvedor queimável, como o gadolínio, no combustível UO_2 tem sido investigada com os seguintes objetivos: estender substancialmente a queima do combustível ou seja, aumentar a vida do combustível no núcleo do reator; controlar o excesso de reatividade do núcleo; melhorar a distribuição de potência gerada e portanto, aumentar a segurança do reator [1].

Um dos requisitos de projeto para otimizar o desempenho operacional do combustível $(U,Gd)O_2$ é o nível de homogeneidade aceitável de Gd e U na matriz do combustível.

Em geral nas especificações das pastilhas de $(U,Gd)O_2$ constam os seguintes itens [2]:

- partículas livres de $Gd_2O_3 \leq 15\%$ (fração de massa);
- partículas livres de $UO_2 \leq 40\%$ (fração de massa);
- tamanho médio de partículas de $Gd_2O_3 \leq 220\mu m$;
- tamanho médio de partículas de $UO_2 \leq 1000\mu m$.

Assim, a identificação e a distribuição das partículas da fase de óxido rica em Gd_2O_3 e em UO_2 em pastilhas de $(U,Gd)O_2$ faz-se necessária para a análise microestrutural dessas pastilhas.

A revelação das fases destes óxidos em pastilhas de $(U,Gd)O_2$ é usualmente feita com ataque colorido [3,4].

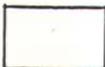
Neste trabalho é apresentada a técnica do ataque colorido em pastilhas de $(U,Gd)O_2$ sinterizadas e também uma análise semi-quantitativa das partículas das fases de óxido presentes em pastilhas com fração em peso de 5,0% e 7,5% de Gd_2O_3 .

2. ATAQUE COLORIDO EM PASTILHAS SINTERIZADAS

2.1 Preparação Ceramográfica

As pastilhas de $(U,Gd)O_2$ sinterizadas foram cortadas, embutidas a frio e lixadas nos estágios de lixas d'água de números 400, 500 e 600. Em seguida, foram pré-polidas com pasta de diamante de $7\mu m$ e finalmente polidas com pasta de diamante de $3\mu m$, $1\mu m$ e $0,25\mu m$.

As amostras foram preparadas cuidadosamente de modo a evitar a ocorrência de lascamento e/ou arrancamento na superfície de polimento.



2.2 Ataque Colorido .

A amostra após a preparação ceramográfica foi aquecida em um recipiente com água. Quando a água atingiu a temperatura de -75°C , a amostra foi retirada e imediatamente mergulhada em uma solução aquecida, $\sim 60^{\circ}\text{C}$, de H_2O_2 concentrado durante 1 minuto.

A medida em que foi necessário, o tempo de ataque foi sendo aumentado. Não houve alteração da superfície da amostra atacada quando esta foi limpa com álcool.

O ataque colorido foi repetido e a sua reprodutibilidade foi observada.

Foram feitos ataques coloridos em pastilhas com frações em peso de gadolínio de: 0,5%, 2,0%, 3,5%, 5,0%, 7,5% e 10%. Nenhuma relação entre o tempo de ataque e o tipo de pastilha foi observada.

3. ANALISE SEMI-QUANTITATIVA

As distribuições de tamanhos das partículas da fase rica em UO_2 e em Gd_2O_3 foram obtidas a partir de medidas realizadas diretamente no microscópio ótico Leitz-Ortholux. Obteve-se o tamanho das partículas das fases com o aumento de 100x, tomando-se a média aritmética dos comprimentos máximo e mínimo que passam próximo ao centro de massa estimado visualmente. Foram realizadas medidas nas pastilhas com fração em peso de 5,0% e 7,5% de Gd_2O_3 .

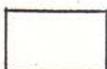
4. RESULTADOS

A Figura 1 mostra a microestrutura de uma das pastilhas atacadas. A fase de óxido rica em gadolínio aparece na cor branca, a fase de óxido rica em urânio na cor azul e o óxido misto na cor marrom-amarelada.

Resultados da análise semi-quantitativa são apresentados na Figura 2.

5. CONCLUSAO

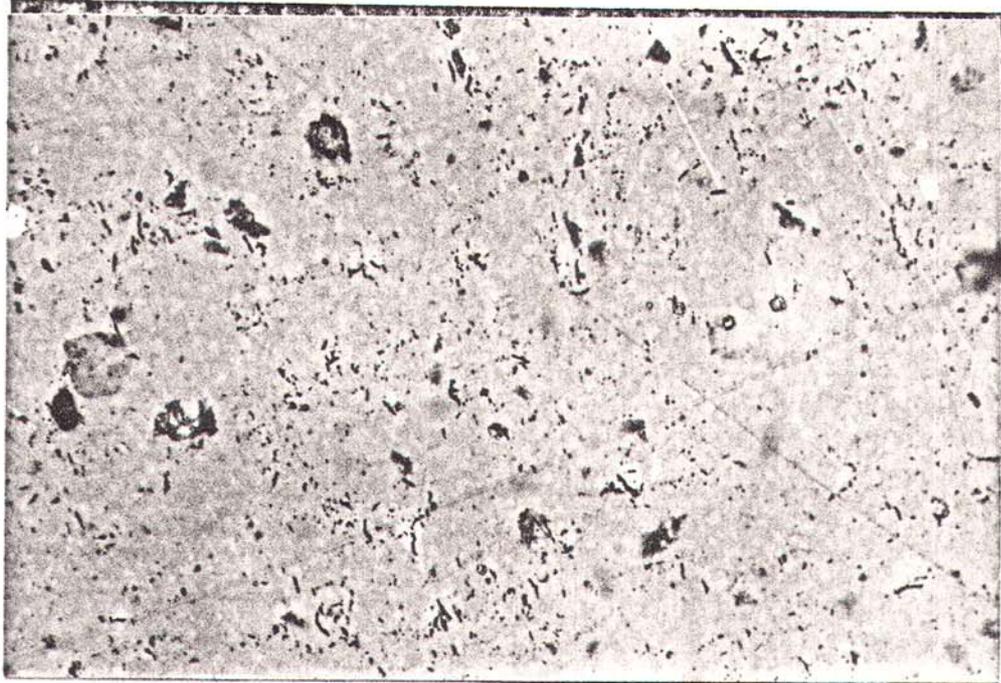
A obtenção das distribuições de tamanhos das partículas da fase rica em UO_2 e rica em Gd_2O_3 foi possível por microscopia ótica, através da técnica do ataque colorido em pastilhas de $(\text{U,Gd})\text{O}_2$.



É importante ressaltar que análises mais precisas são necessárias sendo que estas exigem equipamentos mais sofisticados. Isto no entanto não invalida as medidas aqui realizadas uma vez que elas fornecem informações sobre o nível de homogeneidade do óxido misto (U,Gd)O₂.

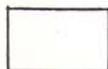
Nota: As pastilhas de (U,Gd)O₂ sinterizadas foram obtidas no IPEN/CNEN.

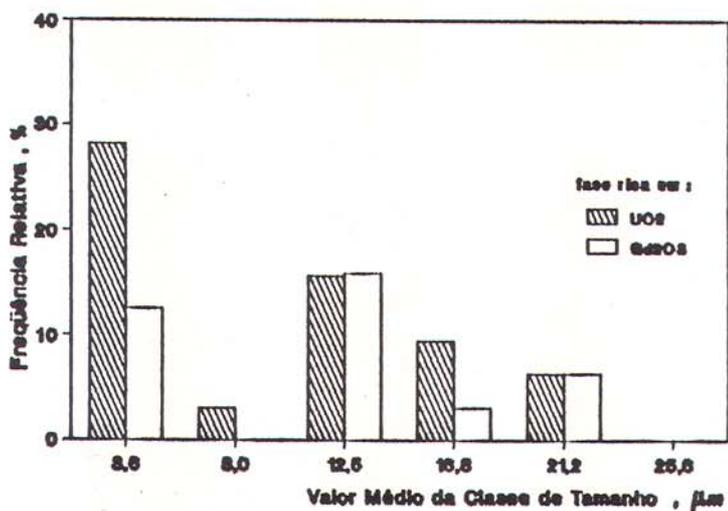




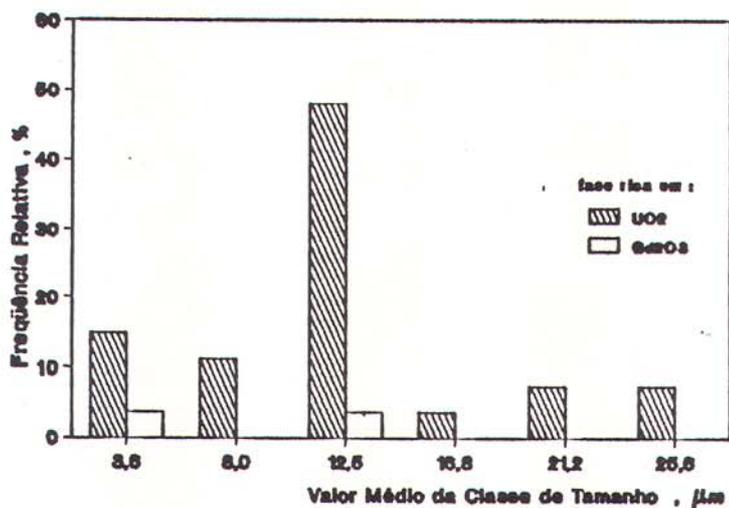
130X

Figura 1 - Ataque colorido. Pastilha de (U,Gd)O₂ sinterizada.



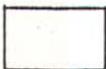


a) Pastilha de (U,5,0%Gd)O₂



b) Pastilha de (U,7,5%Gd)O₂

Figura 2 - Distribuição de tamanhos de partículas das fases de óxido rica em UO₂ e Gd₂O₃.



6.

REFERENCIAS

- [1] MANZEL, R. & DÖRR, W.G. Manufacturing and Irradiation Experience with UO_2/Gd_2O_3 Fuel. American Ceramic Bulletin, 59: 601-616, 1980.
- [2] ASSMANN, H. & PEEHS, M. Survey of Binary Oxide Fuel Manufacturing and Quality Control. Journal of Nuclear Materials, 153: 115-126, 1988.
- [3] HALLDAHL, L. & ERIKSSON, S. Characterization of Homogeneity in $(U,Gd)O_2$ - Pellets. Journal of Nuclear Materials, 153: 66-70, 1988.
- [4] HAMMERSCHMIDT, H. & SAIGER, S. Homogenitätsbestimmung an $(U,Gd)O_2$ mischoxid-sinterkörpern. Journal of Nuclear Materials, 81: 153-158, 1979.

