

# DETERMINAÇÃO DE CARBONO EM AMOSTRAS DE SILICETO DE URÂNIO PARA REATORES NUCLEARES

**André Sassine, Sergio C. Moura, Luciano P. S. Almeida, Morise L. S. Domingos,  
Hélio A. Martins Jr., Camila da Silva e José O. V. Bustillos**

*Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP)  
Centro de Química e Meio-Ambiente (CQMA), Av. Prof. Lineu Prestes, 2242  
CEP: 05508-900 - São Paulo – SP  
[ovega@ipen.br](mailto:ovega@ipen.br)*

## RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo a análise de carbono em amostras de siliceto de urânio. Na indústria nuclear o siliceto de urânio é utilizado nas placas de combustível nuclear. O Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN (São Paulo - Brasil), tem pesquisado e desenvolvido as placas de combustível com o  $U_3Si_2-Al$  para serem utilizadas no reator IEA-R1m com o objetivo de aumentar a potência do reator de 2 para 5 MW. Um dos itens do controle de qualidade deste combustível nuclear diz respeito ao teor de carbono. As análises de carbono nas amostras de siliceto de urânio foram realizadas com um detector de carbono total com célula de infravermelho e forno de radio frequência onde o carbono é liberado na forma de  $CO_2$ . Os teores de carbono analisado nas amostras de siliceto de urânio estão numa concentração de 100 ppm com um limite de detecção de 0,5 ppm. Detalhes da metodologia analítica e tratamento da amostra são descritos no presente trabalho.

## 1. INTRODUÇÃO

Atualmente na indústria nuclear, o Siliceto de Urânio ( $U_3Si_2$ ) vem sendo utilizado como composto constituinte das placas combustíveis dentro do reator. O Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, vem adotando esse composto no reator IEA- R1 que opera com um nível de potência de 2 MW. A utilização desse composto nas placas de alumínio do reator tornou possível um aumento da potência de 2 para 5 MW. O aumento da potência se fez necessária devido ao crescente consumo de radiofármacos no Brasil e também a produção de novos radioisótopos.

Neste contexto, dentro de um controle da qualidade desse composto que envolve diversas análises tais como determinação de impurezas, razão isotópica, determinação de urânio total, a determinação de carbono é de grande importância porque acima de 2000 ppm, isto é 0,2% de carbono, ocorre uma diminuição do rendimento quando esse material é utilizado como combustível nuclear.

## 2. METODOLOGIA

As amostras de Siliceto de Urânio foram coletadas na forma de aparas, diretamente do elemento combustível. As amostras foram introduzidas dentro de um cadinho de alumina

para o aquecimento no forno de rádio frequência. O método consiste na queima da amostra em atmosfera de oxigênio, por meio de um forno de rádio frequência acoplada a um detector de infravermelho. Os gases formados (CO, CO<sub>2</sub> e SO<sub>3</sub>) são purificados para a eliminação de água e de halogênios, sendo o monóxido de carbono totalmente convertido a CO<sub>2</sub> por um catalisador aquecido, posteriormente, as concentrações dos gases são determinadas em uma célula capaz de detectar mudanças na radiação na região do infravermelho [1].

As limitações possíveis estão na contaminação dos cadinhos de cerâmica ou nas contaminações do oxigênio de arraste. Para minimizar esses problemas os cadinhos de cerâmica são calcinados durante 12 horas a 1000 °C antes de serem utilizados como porta amostra, além disso, o oxigênio a ser utilizado deve ter uma pureza maior que 99,9%.

O determinador de carbono é de marca LECO modelo CS-400 composto de 2 módulos, um forno de indução, modelo HF-400A com função de queima e arraste de gases e uma unidade de medida de carbono CS-400 contendo sistema de catálise aquecido, sistema de purificação, sistema de separação de CO<sub>2</sub>/SO<sub>3</sub>, célula que detecta radiações na região do infravermelho e balança analítica. Como acelerador utiliza uma mistura de tungstênio-estanho (Lecocel, procedência LECO) e como gás de arraste o oxigênio com pureza maior que 99,9% [2].

A calibração é realizada por meio de padrões de aços para se obter uma curva de calibração dentro de um intervalo analítico compatível com a concentração a ser analisada. A resposta do analisador fornece a massa de carbono por massa de amostra por meio de cálculos realizados pelo microprocessador.

O tratamento da amostra do Siliceto de Urânio foi o seguinte, a amostra foi cortada na forma de pequenas aparas que foram submetidas a um processo de limpeza com acetona e lavadas com a água deionizada, e finalmente secadas a 100 °C em uma estufa durante uma hora. Após essa etapa foi feita a pesagem das amostras de 300 a 1000 mg e colocadas nos cadinhos de cerâmica junto com o fundente Lecocel. Por meio de uma pinça leva-se o cadinho para o forno de indução e efetua-se a queima das amostras obtendo os resultados.

A determinação do teor de carbono foi feita utilizando a equação 1:

$$C(\%) = V \times 1/W \quad (1)$$

onde, V = valor de integração da célula de carbono que detecta radiação na região infravermelho. W = massa da amostra (g). Os cálculos são processados e o resultado da análise de carbono expresso em porcentagem é impresso automaticamente. A confiabilidade da técnica é a seguinte, o limite mínimo de determinação é de 0,001% de carbono, sendo que a faixa útil de determinação é de 0,005 a 0,3% de carbono [3].

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 1 apresenta-se os resultados das análises de carbono em seis amostras de Siliceto de Urânio. Os resultados são apresentados em porcentagem do teor de carbono presente em cada amostra, isto é, a massa de carbono total em função à massa de Siliceto de Urânio. As seis amostras da Tabela 1 são de um mesmo lote de fabricação, portanto a média e desvio quadrático estatístico das análises de carbono neste lote é de (0,0546 ± 0,0020) % de carbono. Em unidades técnicas de massa de carbono por massa de Siliceto de Urânio, isto é, parte por

milhão (ppm), o resultado da Tabela 1 apresenta um teor médio de 546 ppm com um desvio de 5 %. A presente metodologia da análise de carbono em amostras de Siliceto de Urânio está de acordo com as exigências do controle de qualidade do combustível nuclear.

**Tabela 1: Determinação de carbono em Siliceto de Urânio**

<b>Amostras</b>	<b>% de Carbono</b>	<b>Amostras</b>	<b>% de Carbono</b>
<b>1</b>	0,0525	<b>4</b>	0,0581
<b>2</b>	0,0527	<b>5</b>	0,0541
<b>3</b>	0,0549	<b>6</b>	0,0552

#### **4. CONCLUSÕES**

As análises obtidas, demonstram que as amostras de Siliceto de Urânio estão com teores de carbono da ordem de 500 ppm (0,05%), isto é, estão dentro do limite aceitável para serem utilizadas como combustível nuclear, sendo que 2000 ppm (0,2 %) de carbono é o limite máximo aceitável. Além disso, os resultados apresentam uma reprodutibilidade analítica aceitável nos termos de controle de qualidade de combustível nuclear.

#### **REFERÊNCIAS**

- 1- C. Queiros e A. Abrão. Determinação de carbono em urânio e seus componentes. Anais Associação Brasileira de Química 33 (1-4) 27-30,1982.
- 2- T.C. Prado, S.C. Moura, A. Sassine e J.O. Bustillos. Caracterização do carbono em aço. Anais do V Encontro Nacional de Aplicação Nuclear, 2000.
- 3- T.C. Prado, M.A. Scapin, V.L. Salvador, L.G. Martinez, S.C. Moura, A. Sassine e J.O. Bustillos. Análise quantitativa de compósito de alumínio reforçado com carvão de silício pela técnica de fluorescência de raios X e radiação infravermelha. Rev. Brás. Pesq. Dês. Vol. 4. N. 3. P.1. pg. 1093-1097. Setembro de 2002.