

# DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE VIDROS NIOBOFOSFATO DE CHUMBO PARA IMOBILIZAÇÃO DE REJEITOS RADIOATIVOS.

Henrique Fonseca Francischetti, José Roberto Martinelli  
Divisão de Materiais Cerâmicos - MMC

## OBJETIVO

Preparação e caracterização de vidros da família  $P_2O_5$ - $PbO$ - $Nb_2O_5$ - $K_2O$  na forma de partículas e determinação dos parâmetros de sinterização. No presente etapa do trabalho são confeccionados vidros na forma de blocos para fins de conformação e determinação das temperaturas de transição vítrea e cristalização.

## METODOLOGIA

Foram obtidos vidros  $P_2O_5$ - $PbO$ - $Nb_2O_5$ - $K_2O$  de acordo com a seguinte metodologia:

- Mistura dos pós precursores ( $PbO$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $KOH$ ,  $NH_4H_2PO_4$ ) a seco em um equipamento do tipo túrbula ( $PbO$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $KOH$ ,  $NH_4H_2PO_4$ ) durante 1h,

- Desaglomeração em almofariz de ágata,

- Fusão a  $1400^\circ C$  com taxa de aquecimento de  $11,2^\circ C/min$ , durante de 40 min., utilizando-se forno de indução eletromagnética marca HWG (ELPHIAC-INDUCTOTHERM),

- Lingotamento em cadinho de grafita pré aquecido à  $450^\circ C$ ,

- Tratamento térmico de recozimento às temperaturas  $340^\circ C/1 h$  e  $450^\circ C/1 h$ , para alívio das tensões internas do vidro, utilizando-se forno elétrico tipo mufla.

Tabela 1: Composição dos vidros obtidos.

Mol %			
$P_2O_5$	$PbO$	$Nb_2O_5$	$K_2O$
30,22	10,94	28,30	30,54

Nesta etapa do trabalho foram elaborados vidros com composição HF-05 (ver Tabela 1) e submetidos às temperaturas de recozimento de  $340^\circ C$  e  $450^\circ C$  mencionadas anteriormente.

Para a caracterização do material foram realizadas análises térmicas diferenciais e determinação das densidades pelo método de picnometria. As análises de difratometria de raio-X estão em progresso.

## RESULTADOS

A amostra submetida ao tratamento térmico a  $340^\circ C$ , apresentou trincas atribuídas a baixa temperatura de recozimento para alívio das tensões internas e também foram observados formações de poros com tamanhos significativos no local da ruptura. Esse vidro apresentou visualmente boa homogeneização e coloração esbranquiçada. Foram determinadas as densidades dos vidros em função da temperatura de recozimento, conforme mostra a Tabela 2.

Para eliminar o problema das trincas foi obtido um vidro submetido à temperatura de recozimento de  $450^\circ C$ . Como esperado, o aumento da temperatura concedeu maior densidade ao vidro (Tabela 2). Embora esse vidro também tenha apresentado trincas, foram observados poros menores em relação a amostra anterior na região de ruptura. A análise térmica diferencial da amostra permitirá estimar a temperatura de

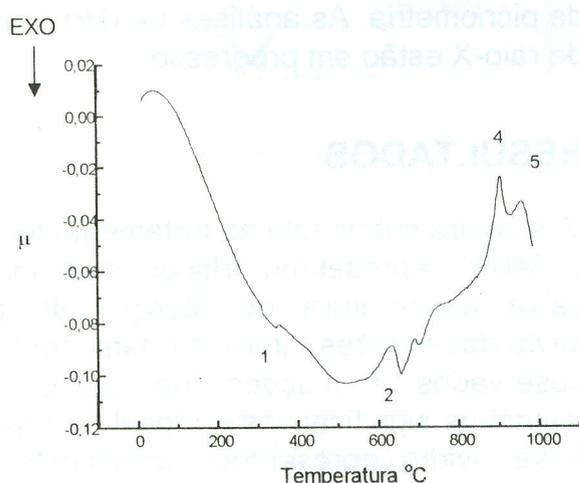
recozimento ideal, evitando o aparecimento de trincas.

Tabela 2: Densidades obtidas com variação da temperatura de recozimento.

Temperatura de Recozimento	Densidade p/ Picnometria (g/cm <sup>3</sup> )
340°C	3,43
450°C	3,81

A Tabela 2 também mostra que vidros recozidos a 450°C apresentam maior densidade, pois com o aumento da temperatura há um rearranjo dos átomos que passam a ocupar posições mais estáveis (de menor energia). Consequentemente defeitos são eliminados proporcionando maior densidade ao vidro.

Figura 1: DTA de uma amostra recozida.



Na figura 1 pode-se observar a temperatura de transição vítrea no ponto 1 do gráfico a 352°C. No ponto 2 e 3 observasse a temperatura de formação de duas fases cristalinas, respectivamente nas temperaturas 658°C e 691°C. Nos pontos 4 e 5 são observadas as temperaturas de fusão dessas fases, respectivamente a 908°C e 959°C. A temperatura de sinterização deve ficar abaixo de 640°C, pois essa é a temperatura de início das fases cristalinas.

## CONCLUSÕES

Os resultados do presente trabalho mostram que com a elevação da temperatura de recozimento há um aumento de densidade dos vidros.

Com o resultado da DTA é possível estimar a temperatura máxima de sinterização do vidro sem que haja formação de fases cristalinas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] - Audero M. A., Bevilacqua A. M., Bernasconi N. B. M. de, Russo D. O e Sterba M. E., "Immobilization of simulated high - level waste in sintered glasses", J. Nucl. Mater. 223 [1985] 151- 156.
- [2] - Bevilacqua A. M., Bernasconi, D. O. Russo N. B. M de, Audero M. A., Sterba M. E. e Heredita A. D., "Immobilization of simulated high - level waste in sintered borosicate, aluminosilicate and aluminoborosilicate glasses", J. Nucl. Mater. 229 [1996] 187- 193.
- [3] - Aranha N.: Vidros Niobofosfatos: "Preparação, Caracterização e Propriedades", Dissertação de Doutorado, UNICAMP, Brasil [1994]

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Cnpq - PIBIC