

BR4401085



INFLUÊNCIA DA POROSIDADE NA FRATURA DE PASTILHAS DE UO_2

**Ney Freitas de Quadros, Marcelo de Abreu Aires e
Erberto Francisco Gentile**

**PUBLICAÇÃO IEA 457
CMN 69**

DEZEMBRO/1976

INFLUÊNCIA DA PÓROSIDADE NA FRATURA DE PASTILHAS DE UO_2

Ney Freitas de Quadros, Marcelo de Abreu Aires e
Erberto Francisco Gentile

COORDENADORIA DE METALURGIA NUCLEAR
(CMN)

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
SÃO PAULO - BRASIL

APROVADO PARA PUBLICAÇÃO EM JUNHO/1976

CONSELHO DELIBERATIVO

Eng^o Hécio Modesto de Costa
Eng^o Ivano Humbert Marchesi
Prof. Admar Cervellini
Prof. Sérgio Mascarenhas de Oliveira
Dr. Klaus Reinach
Dr. Roberto D'Utra Vaz

SUPERINTENDENTE

Prof. L. Rômulo Ribeiro Pieroni

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11.049 (Pinheiros)
Cidade Universitária "Armando de Salles Oliveira"
SÃO PAULO – BRASIL

NOTA: Este trabalho foi conferido pelo autor depois de composto e sua redação está conforme o original, sem qualquer correção ou mudança.

INFLUÊNCIA DA POROSIDADE NA FRATURA DE PASTILHAS DE UO_2 ⁽¹⁾

Ney Freitas de Quadros⁽²⁾, Marcelo de Abreu Aires⁽³⁾ e
Erberto Francisco Gentile⁽⁴⁾

RESUMO

Foram realizados ensaios de compressão em pastilhas de UO_2 com aproximadamente o mesmo tamanho de grão $10\ 000\ \mu m^2$ e várias frações volumétricas de poros.

A velocidade de deformação usada foi de $5,5 \times 10^{-3}\ \text{seg}^{-1}$ e os ensaios foram conduzidos a temperatura ambiente.

Foi também realizado estudo metalográfico, os quais somados com observações feitas durante os ensaios de compressão sugerem que os poros e vazios oriundos da sinterização a $1650^\circ C$, tem um papel fundamental no mecanismo de fratura das pastilhas de UO_2 .

1 - INTRODUÇÃO

A Coordenadoria de Metalurgia Nuclear do Instituto de Energia Atômica de São Paulo vem estudando sistematicamente, desde 1962, a fabricação de elementos combustíveis para reatores de pesquisa. Este estudo começa desde a caracterização dos pós incluindo o estudo morfológico dos mesmos, processos de obtenção, índices de sinterabilidade, até a caracterização das pastilhas obtidas, as quais foram fabricadas em escala piloto, para dois conjuntos subcríticos de pesquisa^(8,9,11,12,16,18,22,27).

Toda a experiência acumulada nestes anos foi objeto de um trabalho recente⁽¹⁵⁾ que estabelece os métodos de ensaio de caracterização de pós e de pastilhas de UO_2 .

Continuando estes esforços, uma série de programas de pesquisas vem sendo desenvolvida com a finalidade de evidenciar a interdependência entre a estabilidade dimensional das pastilhas de UO_2 no reato e sua microestrutura, uma vez que, como se sabe, a migração dos gases de fissão, bem como as propriedades mecânicas das pastilhas de UO_2 , é controlada pelo perfil de temperatura apresentado por estas dentro do elemento combustível. A interação pastilha/revestimento durante a operação em regimes estacionários e ou transientes é controlada, principalmente, pelas propriedades mecânicas, pelo coeficiente de dilatação térmica e perfil de temperatura apresentado pela pastilha, o qual está diretamente relacionado com a condutividade térmica⁽²¹⁾.

A condutividade térmica, por sua vez, está diretamente relacionada com a porosidade da pastilha, não só com a sua fração volumétrica como também com a sua distribuição de tamanho, sua forma e orientação⁽²¹⁾.

(1) Trabalho apresentado no XXXI Congresso Anual da Associação Brasileira de Metais realizado em julho de 1976 em Belo Horizonte.

(2) Membro da ABM - Engenheiro de Metalurgia - Mestre em Ciências - Pesquisador Sênior da CMN do IEA.

(3) Membro da ABM - Engenheiro Metalúrgico - Bolsista da CMN do IEA.

(4) Membro da ABM - Engenheiro Metalúrgico - Mestre em Engenharia - Supervisor de Agupamento da CMN do IEA.

Vários trabalhos tem sido publicados relacionando as propriedades mecânicas com a temperatura e com a fração volumétrica das porosidades^(2,3,5,6,10,14,19).

Ensaios à compressão realizados por Igata et al⁽¹⁴⁾ permitiram que fosse estabelecida por estes autores uma equação empírica entre a tensão de fratura à temperatura ambiente e a variação da porosidade, dada por

$$\sigma_F = 1067 \exp(-3,505 \cdot P)(1), \text{ onde:}$$

P = fração volumétrica dos poros

σ_F = tensão de fratura em MPa

No mesmo artigo apresentaram uma equação relacionando a tensão de fratura com o tamanho de grão, dada pela equação de Petch⁽¹⁹⁾:

$\sigma_F = \sigma_{F0} + K d^{-1/2}$ (2), sendo o diâmetro em cm, cujos parâmetros foram determinados pelos autores, ficando:

$$\sigma_F = 692 + 6,6 d^{-1/2} (3)$$

O modo de fratura foi estudado por Evans e Davidge^(5,6) em ensaio de flexão, que o relacionaram com a temperatura e com o maior tamanho de poro existente em cada corpo de prova. Byron^(2,3) estudou as propriedades mecânicas de UO_2 em ensaios de compressão

Este trabalho tem como objetivo verificar a influência da fração volumétrica da porosidade em ensaios de compressão, sob baixa velocidade de deformação, à temperatura ambiente, em pastilhas de UO_2 obtidas a mesma temperatura de sinterização com tempos de sinterização diferentes e compactadas a diferentes pressões, bem como o modo de fratura, através de estudos metalográficos em um Microscópio Eletrônico de Varredura

2 – MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo foi realizado em pastilhas de UO_2 sinterizadas a 1650°C. O tipo de pó usado foi o DUA-N-78^(9,15,17,18) com a distribuição granulométrica correspondente a - 100 mesh. As pastilhas foram compactadas em uma prensa com matriz flutuante e submetidas a pressões de compactação de 1,6; 2,2 e 2,6 t/cm². A sinterização foi levada a efeito em um forno semi-contínuo Harper durante 6 horas (séries 1 e 2) e 4 horas (séries 3, 4 e 5). As pastilhas das duas primeiras séries foram fabricadas com concavidades nas duas bases. As densidades a verde e após sinterização foram determinadas segundo métodos estabelecidos nesta unidade⁽¹⁵⁾.

A relação O/U foi determinada pela Coordenadoria de Engenharia Química, dando como resultado 2,001. A tabela I mostra a caracterização destas pastilhas.

As pastilhas das séries 1 e 2 foram compactadas com concavidades em ambas as bases do cilindro, e, tanto para exames metalográficos quanto para os ensaios de compressão, foram cortadas em um aparelho com disco de diamante e baixa velocidade de corte.

O exame metalográfico das pastilhas das séries 1 e 2 foi realizado junto a concavidade basal e também em um plano central, a fim de se observar o efeito da concavidade na percentagem volumétrica

de poros. Não foram constatadas diferenças significativas. As outras pastilhas foram lixadas cerca de 0,5 mm em seu plano basal.

Tabela I
Caracterização das Pastilhas de UO₂

Material	Tempo de Sinterização (h)	Esforço de Compactação (t/cm ²)	Densidade a verde (g/cm ³)	Densidade final (g/cm ³)	Porosidade (%)
série 1	6	2,6	5,58	10,41	5
série 2	6	2,2	5,50	10,34	5,7
série 3	4	2,6	5,60	10,27	6,3
série 4	4	2,2	5,50	10,21	6,8
série 5	4	1,6	5,30	10,07	8,1

Todas as amostras metalográficas foram lixadas em lixa 600 e polidas em pasta de diamante de 6µm e 1µm, e o acabamento final foi realizado em alumina gama⁽¹⁵⁾. As amostras submetidas à compressão foram lixadas em lixa 600 a fim de evitar concentrações de tensão oriundas da rugosidade da superfície.

Os ensaios de compressão foram realizados em uma máquina Instron a uma velocidade de deformação aproximadamente constante de $5,5 \times 10^{-3} \text{ seg}^{-1}$ correspondente a uma velocidade de deslocamento da ponte móvel de 0,005 cm/min. Usou-se óleo silicone entre as amostras e os pratos de compressão.

Os fragmentos das pastilhas fraturadas foram examinadas em um Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo Stereoscan S 4, da Cambridge.

As frações volumétricas dos poros e os tamanhos de grãos das pastilhas foram determinadas em um equipamento Microvideomat da Zeiss⁽¹¹⁾. Os tamanhos de grãos também foram determinados visualmente⁽¹⁵⁾.

Para a determinação dos poros foram feitas contagens em 100 áreas diferentes de cada amostra, a um aumento de 2.800 X, aproximadamente, na tela do sistema de televisão do Microvideomat⁽¹¹⁾.

O tamanho de grão também foi determinado no equipamento citado, com aumento de 1.840 X, aproximadamente, na televisão acoplada ao Microvideomat⁽¹¹⁾.

3 – RESULTADOS EXPERIMENTAIS

3.1 – Ensaios de Compressão e Metalografia

A tabela II mostra os resultados obtidos e os corpos de prova usados. As frações volumétricas determinadas metalograficamente⁽¹¹⁾ são representadas por $V_v^{(d)}$ ($V_v = A_A = P_p$). Os planos de observação das pastilhas 274 (série 1) e 617 (série 2) foram obtidas após corte da concavidade basal e polimento. Foram feitos exames metalográficos em planos centrais, que deram como resultados (não computados na tabela II):

$$V_v (\text{pastilha 274}) = 4,9 \pm 2,8\% (\text{plano central})$$

V_v (pastilha 617) = $6,6 \pm 3,3\%$ (plano central)

Tabela II
Resultados Experimentais

Material	Corpo de Prova	% DT	V_v (%)	Tensão da Fratura (MPa)	Observações
Série 1	274	95	$5,2 \pm 2,2$	---	Exame Metalográfico 1 fratura lateral
	265	94,9	---	540	
	267	95,3	---	918	
Serie 2	617	94,3	$5,5 \pm 2,6$	---	Exame Metalográfico Grande Fratura Lateral
	609	93,8	---	717	
	611	93,9	---	---	
Série 3	6	93,7	$7,3 \pm 3,7$	---	Exame Metalográfico 3 Fraturas Laterais
	2	93,7	---	560	
	4	93,9	---	880	
	5	93,8	---	575	
Série 4	25	93,2	$8,0 \pm 2,7$	---	Exame Metalográfico 1 Fratura Lateral
	24	93,3	---	705	
Serie 5	53	91,9	$9,7 \pm 3,5$	---	Exame Metalográfico
	43	92,5	---	897	
	46	92,4	---	813	
	47	92,3	---	---	

O tamanho de grão para cada pastilha foi obtido no plano basal, após retirada de uma camada de cerca de 0,5 mm. A comparação entre o tamanho de grão determinado pelo método visual⁽¹⁵⁾ e pelo método automático⁽¹⁾ se encontra na tabela III.

Tabela III
Determinação do Tamanho do Grão Visual⁽¹⁵⁾ e Automático⁽¹⁾

Corpo de Prova	Tamanho de Grão (μm)	
	visual	automatico
274	$11,54 \pm 0,77$	$10,6 \pm 0,7$
617	$9,92 \pm 0,7$	$9,9 \pm 1,2$
6	$8,96 \pm 0,51$	$9,2 \pm 0,8$
25	$10,13 \pm 0,64$	$11,2 \pm 0,9$
53	$11,2 \pm 0,66$	$9,6 \pm 1,0$

A figura 1 apresenta um gráfico onde foi desenhada a curva determinada por Igata e Darnoto⁽¹⁴⁾ e onde foram colocados pontos correspondentes à tabela II. Os pontos que mais se aproximam da reta são representativos das amostras que suportaram a carga até a fratura sem sofrer esboroamento durante o carregamento. Estas fraturas se davam com uma explosão e as pastilhas se apresentavam totalmente fragmentadas. As cargas foram da ordem de 6 500 kg (cerca de 65×10^3 N).

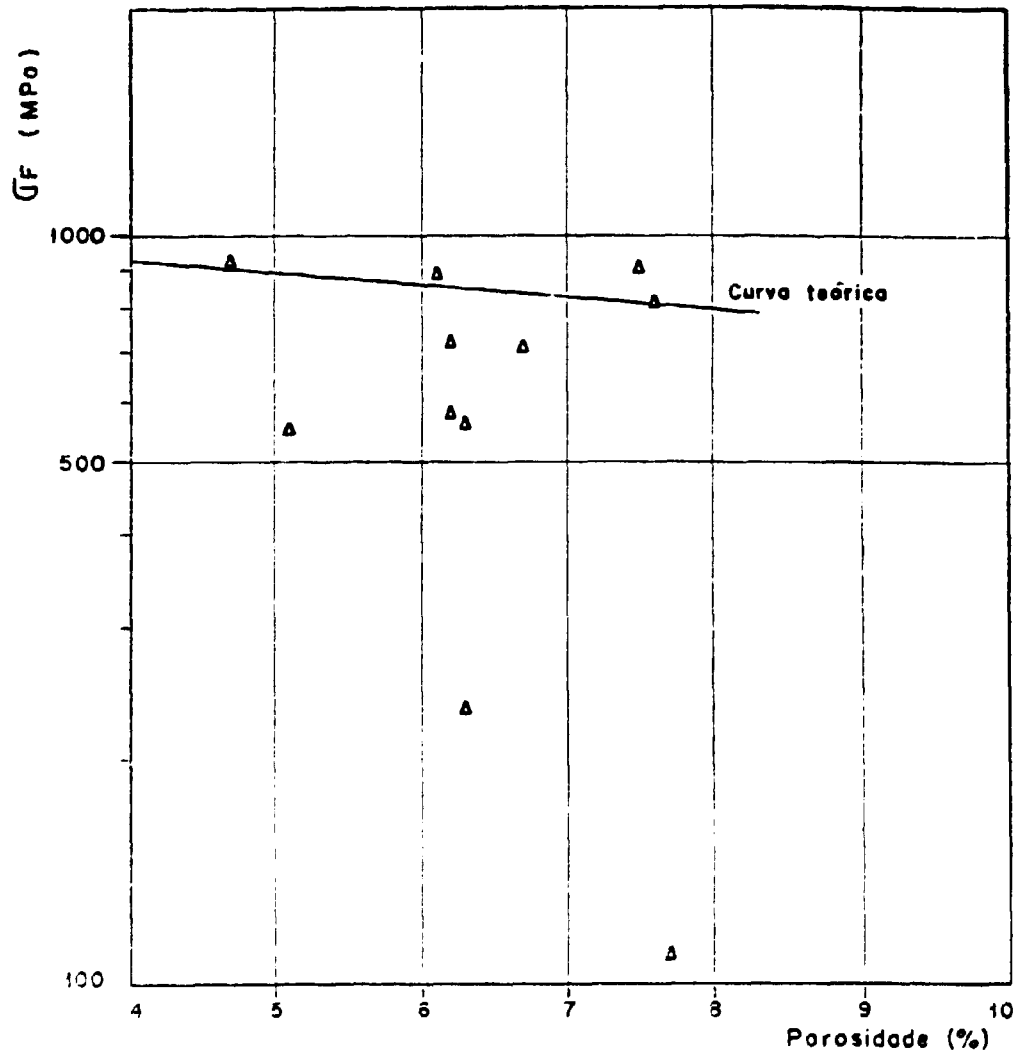


Figura 1 -- Tensão de fratura versus porosidade. A curva teórica foi calculada pela equação (1). Os pontos (indicados pelos pequenos triângulos) que aparecem são os resultados do presente trabalho.

As outras pastilhas sofreram de um a três esboroamentos laterais antes da fratura, diminuindo assim a seção resistente e dando, como resultado, baixos valores nominais da tensão de fratura. A pastilha 611, por exemplo, sofreu um esboroamento lateral a um nível de carga de 200 kg. A lasca resultante foi observada no Microscópio Eletrônico de Varredura. A tabela IV mostra as tensões sob as quais as pastilhas sofreram pequenas fraturas laterais

Tabela IV
Tensões Correspondentes às Fraturas Laterais
Sofridas pelas Pastilhas

Corpo de Prova	Tensão das Fraturas Laterais (MPa)		
	1ª Fratura	2ª Fratura	3ª Fratura
265	520	---	---
611	11	---	---
2	368	430	560
24	608	---	---

3.2 – Fratografias

A figura 2(a) mostra a superfície de fratura da pastilha 267 (95,3% DT). A presença de degraus de clivagem mostra que a fratura é essencialmente transgranular. Note-se a interação dos poros com os degraus de clivagem. Em geral os degraus de clivagem se iniciam e terminam nos poros.

A figura 2(b) mostra uma fotografia da superfície lateral da mesma pastilha, revelando os grãos e, quase ao centro, uma porosidade ocupando o lugar de um grão.

A figura 3(a) mostra um fragmento da pastilha 609 (93,8%). A fratura provavelmente iniciou-se na parte central inferior do fragmento onde se nota um vazio de forma pentagonal de cerca de 500 µm em sua diagonal.

A figura 3(b) mostra esta região com maior aumento.

A figura 4(a) mostra com maior detalhe a parte superior da região pentagonal. Do lado esquerdo da fratura pode-se observar que a sinterização não foi completada nesta região; no plano inferior nota-se a perfeita sinterização, podendo-se ver os contornos de grão nitidamente. A figura 4(b) mostra a região central da foto anterior, enquanto a figura 4(c) mostra a lateral superior da região pentagonal. Note-se uma trinca retilínea no centro da foto. Note-se também que o interior do vazio não sofreu fratura.

A figura 5 mostra o fragmento lateral da pastilha 611, fraturada ao nível de 10 MPa no ensaio de compressão. Na parte inferior direita nota-se o início da fratura. Observa-se a trinca na superfície lateral da pastilha, no centro.

A figura 6(a) mostra o mesmo fragmento da pastilha 611 (93,9% DT), do lado da fratura; a parte inferior corresponde ao início da fratura. A figura 6(b) mostra um detalhe da figura 6(a). A figura 6(c) mostra, após uma inclinação de 33° e uma rotação de 20°, um detalhe do pequeno fragmento em forma de cunha do centro da figura 6(b), observando-se a clivagem dos grãos. A figura 6(d) mostra uma região perto do mesmo fragmento, onde se podem observar, ao centro um vazio, e por toda a região, uma série de microtrincas.

A figura 7(a) mostra o vazio da figura 6(d) com maior aumento enquanto a figura 7(b) mostra a interação de poros com degraus de clivagem, numa região da parte inferior direita da figura 6(d).

A figura 8(a) mostra a superfície do fragmento em cunha enquanto mostra a mesma região, após uma rotação de 45° , onde pode se observar, à direita, uma região de alta segregação de porosidade.

A figura 9(a) mostra a superfície de fratura da pastilha 4 (93,9%), onde se pode observar a presença de degraus de clivagem interagindo com os poros enquanto a figura 9(b) mostra a fratura em uma região próxima à superfície lateral da pastilha.

A figura 10(a) mostra a superfície lateral da pastilha 47 (92,3%), não submetida ao ensaio de compressão. Podem-se observar protuberâncias na superfície ao lado de vazios. A figura 10(b) mostra, em detalhe, as protuberâncias que aparecem ao lado esquerdo, no centro, da figura 10(a), enquanto a figura 10(c) mostra o interior do vazio que aparece no centro da figura 10(a).

A figura 11 mostra uma série de poros interconectados na superfície de fratura da pastilha 43 (92,5%).

A figura 12(a) mostra a interação de poros com degraus de clivagem, enquanto a figura 12(b) mostra com maior detalhe a mesma região. A figura 13 mostra um grande vazio, onde, na parte inferior, pode-se notar grãos não fraturados, enquanto na parte superior, observa-se a superfície de clivagem.

4 – DISCUSSÃO

4.1 – Metalografia Quantitativa

A determinação da fração volumétrica da porosidade foi realizada no Microvideomat⁽¹⁾ através do método conhecido por Análise da Área (Areal Analysis). Hilliard⁽¹³⁾ mostra que o menor erro é cometido quando se utiliza o método da Contagem Sistemática de Pontos. No entanto, embora a precisão seja menor, devido às facilidades inerentes ao sistema automático, como por exemplo, o grande número de contagens, ou o número de regiões que podem ser observadas e contabilizadas, este método foi o preferido neste trabalho. Experiências realizadas anteriormente pelos autores não mostraram diferenças muito grandes entre os dois métodos.

Os resultados da tabela mostram que não há muita homogeneidade na distribuição dos poros, uma vez que o desvio padrão da média dos corpos de prova 274, 617 e 6 (séries 1, 2 e 3) chega a quase 50%. No entanto, as frações volumétricas dos corpos de prova 25 e 53 apresentam desvio padrão substancialmente menores, de cerca de 30% do valor da média, o que indica uma menor heterogeneidade na distribuição dos poros na superfície observada.

A determinação do tamanho de grão de cada pastilha foi efetuada tanto visual⁽¹⁵⁾ quanto automaticamente⁽¹⁾. Os pequenos erros estatísticos mostrados na tabela III indicam uma boa homogeneidade do tamanho de grão das pastilhas.

4.2 – Ensaio de Compressão

Os trabalhos de Byron⁽²⁾ e de Davidge e Evans⁽⁶⁾, indicam que há três regiões de temperaturas onde o comportamento mecânico de pastilhas de UO_2 é diferente. Ficou estabelecido que existe uma temperatura de transição frágil/dútil em torno de $1.200^\circ C$ em ensaios de flexão (que, aparentemente, depende tanto do tamanho de grão quanto da fração volumétrica dos poros). Guerin⁽¹⁰⁾ determinou recentemente esta temperatura para UO_2 estequiométrico em ensaios de compressão, achando um valor

de 1.000°C, para um tamanho de grão de 5µm e uma fração volumétrica dos poros em torno de 5%. Em ensaios à temperatura ambiente e, portanto, seja em ensaios de compressão, seja em ensaios de flexão, o modo de fratura de UO₂ é frágil. De 500°C a 1.000°C, a fratura se dá após uma percentagem de deformação plástica que aumenta com o aumento da temperatura e com a diminuição da velocidade de deformação. A partir de 1.000°C o modo da fratura passa a ser dútil e o material apresenta um limite de escoamento bem definido, cuja diferença entre o limite de escoamento superior e inferior varia com a temperatura e com a velocidade de deformação do ensaio.

Guerin⁽¹⁰⁾ também realizou ensaios de compressão a temperatura ambiente, encontrando tensões de fratura da ordem de 800 MPa.

Talvez a melhor contribuição realizada em relação ao comportamento mecânico do UO₂ à temperatura ambiente seja o trabalho de Igata e Damoto⁽¹⁴⁾, de onde foram tiradas as equações empíricas (1) e (3) citadas na introdução.

Calculando pela equação (3) a tensão de fratura para a amostra 43, supondo que seu tamanho de grão é 9,6µm (pois é uma pastilha da série 5, ver tabela III), obtém-se 905 MPa. Daí, pode-se observar que, embora o valor obtido (897 MPa) no ensaio seja maior do que o previsto pela curva teórica no gráfico da figura 1, está dentro dos limites da equação de Petch.

4.3 – Fratografia

As fratografias apresentadas permitem definir uma explicação para os baixos valores encontrados em alguns ensaios assim como sugerem um mecanismo de fratura para as pastilhas de UO₂ em ensaios de compressão.

Em primeiro lugar, como discutido por outros autores^(2,3,5,6,10,14,19,21) o modo da fratura é frágil. O exame das superfícies de fratura nos permite estabelecer que a fratura é totalmente transgranular⁽¹⁰⁾, como pode ser observado pelas figuras 6(c) e 8(b). Além disto, as figuras 3(a), 3(b), 4(a), 4(b), 4(c) e 13 mostram que a fratura se origina em grandes vazios (regiões não sinterizadas completamente) seja no interior das pastilhas, como é o caso da grande região pentagonal das figuras 3 e 4, com um diâmetro aproximado de 0,5 mm, seja perto da superfície lateral da pastilha, como pode ser visto pela grande concentração de porosidade apresentada nas figuras 8(b) e 9; na figura 9(a), no centro, aparece um vazio dando origem a degraus de clivagem divergentes formando o chamado "rivers pattern", demonstrando que a clivagem foi iniciada naquele vazio. As figuras 11, 12(a) e 6(d) são exemplos. A figura 7(b) mostra um detalhe dos degraus de clivagem originados no vazio da parte inferior direita da figura 6(d) enquanto a figura 7(a) mostra a forma do vazio central da citada figura.

As figuras 5, 6(a) e 6(b) mostram a forma de um fragmento lateral da pastilha 611. A superfície lateral da pastilha mostra sinais de clivagem. A fratura deste fragmento deve ter se iniciado na parte inferior esquerda da fotografia da figura 5 em algum vazio que aí existia anteriormente.

As figuras 6(a) e 6(b) sugerem a pre-existência destes vazios.

Um outro ponto que pode ser elucidado é a pre-existência de vazios na superfície lateral das pastilhas. Isto pode ser observado pela figura 10 que mostra a superfície lateral da pastilha 47. Este corpo de prova foi observado sem ter sofrido compressão. Note-se que o vazio é bastante parecido com o vazio da figura 6(d). Note-se à esquerda, o aparecimento de protuberâncias, mostradas com mais detalhes na figura 10(b). O vazio é visto mais detalhadamente na figura 10(c).

Finalmente, ao contrário do que afirma outro autor⁽¹⁰⁾, o estudo fratográfico sugere haver uma interação entre os poros e a clivagem. As figuras 2 e 12 mostram degraus de clivagem que se iniciam em um poro e terminam em outro. Isto é um fato comum em todas as fratografias com aumento adequado. O que se pode observar também é que os poros oblongos, como nas figuras 12(a) e (b), cujo eixo maior é paralelo aos planos de clivagem não parecem interagir com os degraus de clivagem.

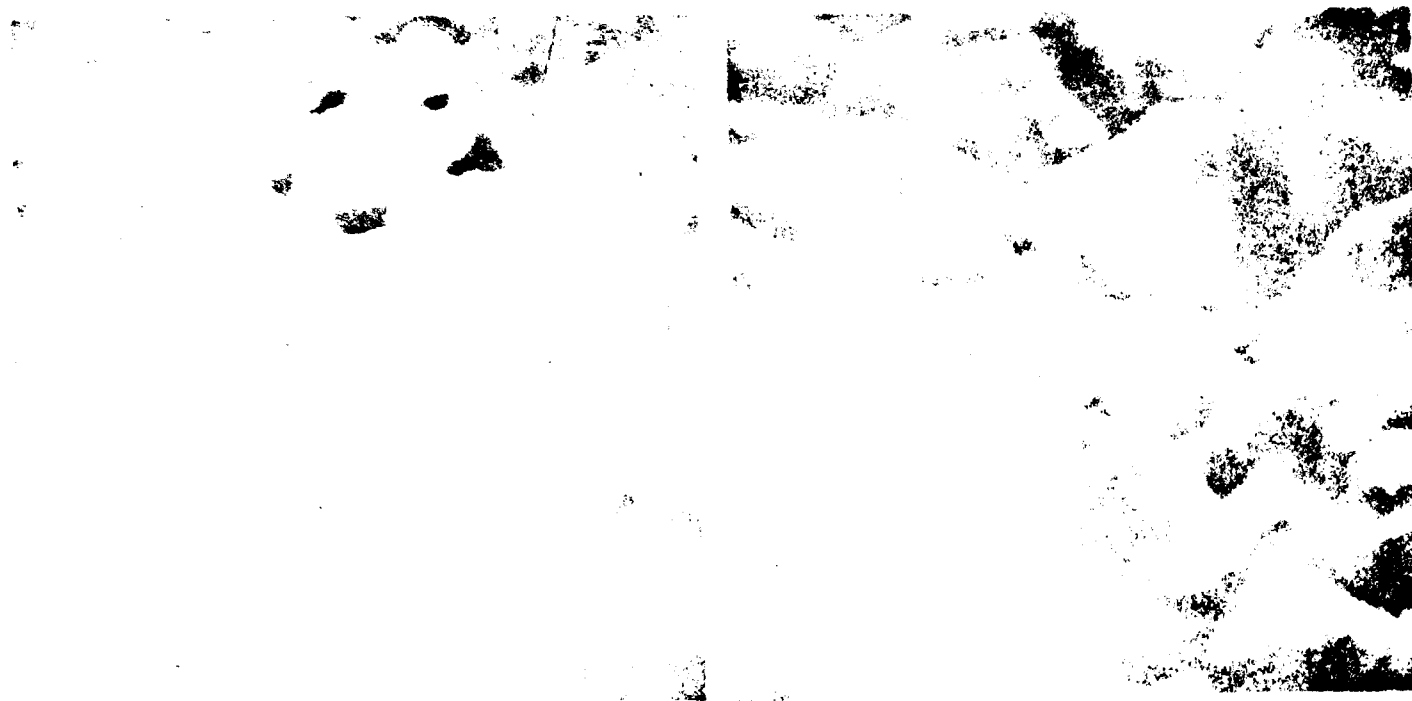


Figura 2 – Corpo de prova 267, série 1, (95,3% DT), tensão de fratura 918 MPa:

- a) À esquerda, na parte superior observa-se um vazio ligado a outro vazio. No centro, à direita, podem-se notar degraus de clivagem iniciando-se em um poro e terminando em outro. Note-se, em particular, o degrau que se inicia num poro lenticular e acaba no poro maior, quase no centro da foto. Aumento: 3.900 X.
- b) Superfície lateral da pastilha após fratura. No centro, um pouco acima, observa-se um poro rodeado por cinco grãos. Aumento: 3.150 X.



Figura 3 – Corpo de prova 609, série 2 (93,8% DT), tensão de fratura 717 MPa:

- a) Na parte inferior da foto, no centro, vê-se a região de início da fratura. Aumento: 40 X
- b) Note-se uma região pentagonal claramente delineada; esta foto é um detalhe da anterior. Aumento: 114 X.

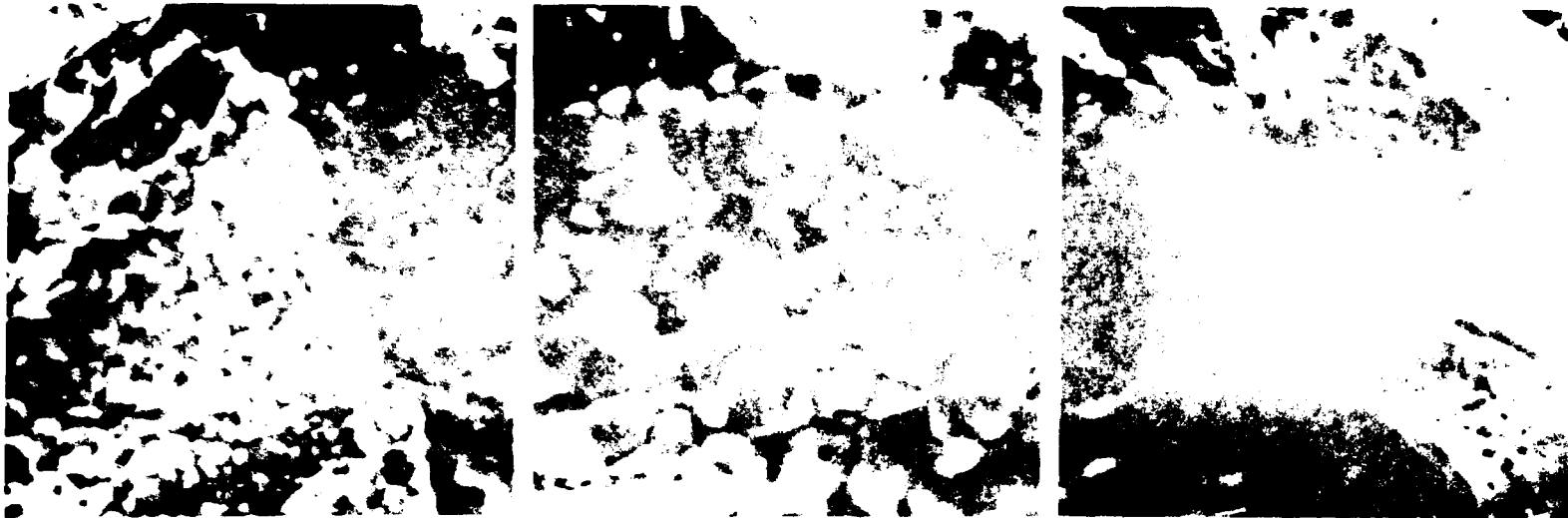


Figura 4 – Mesma amostra (609)

- a) Detalhe da região pentagonal da figura 3(b). Observa-se em 1º plano uma região pouco sinterizada e em segundo plano os grãos perfeitamente sinterizados. Aumento: 1 150 X
- b) Detalhe da região pouco sinterizada. Notem-se os vazios e os pequenos grãos. Aumento: 2 250 X.
- c) Detalhe da região pentagonal mostrando a interface entre o vazio e a região de cisalhamento. Aumento: 2.100 X.



Figura 5 – Corpo de prova 611, série 2 (93,9% DT), fragmento lateral. Observe-se a região onde começou a fratura na parte inferior direita da foto. Note-se a trinca superficial no centro. Aumento: 38 X.



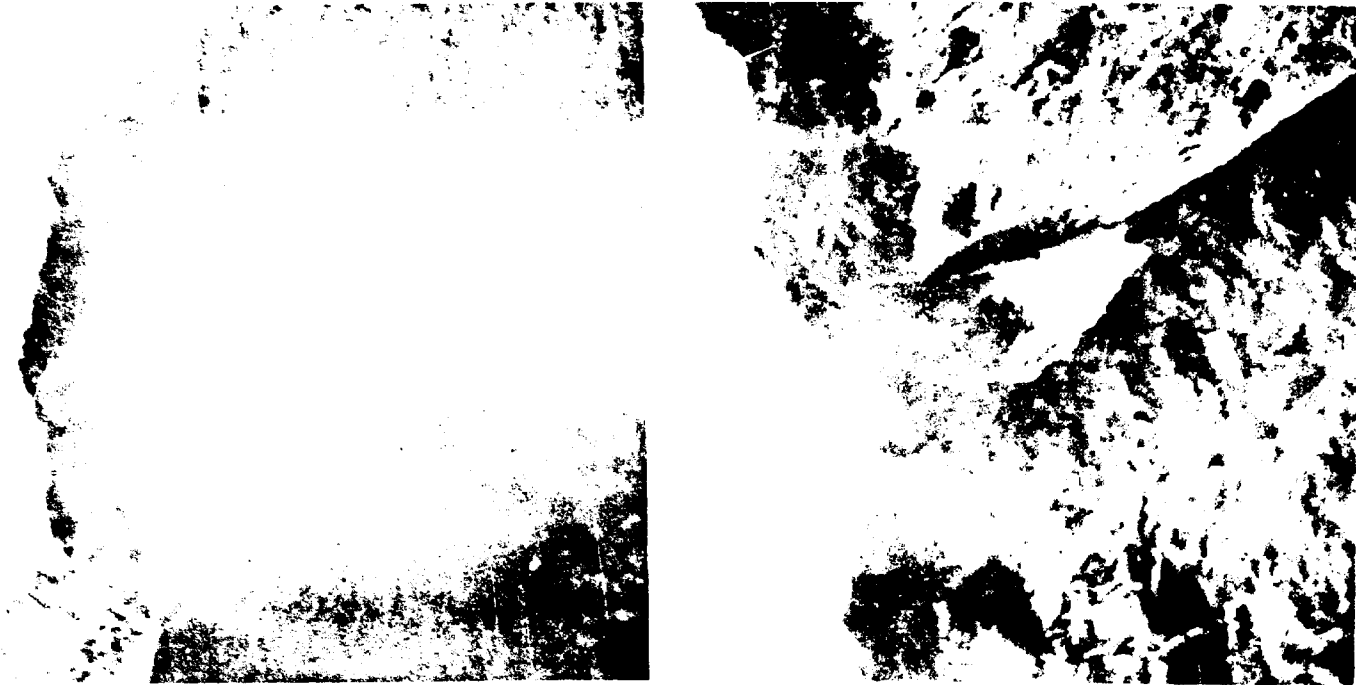


Figura 6 -- Mesmo corpo de prova (611) da figura 5. A amostra sofreu uma inclinação de 45° e uma rotação de 85° , a fim de que fosse examinado o outro lado da região fraturada.

- a) Lado interno do fragmento da figura 5. Aumento: 30 X.
- b) Lugar onde se originou a fratura. O pequeno fragmento em cunha será examinado com mais detalhe. Aumento: 300 X.
- c) Detalhe da superfície de fratura do fragmento em cunha, na sua extremidade esquerda. Note-se a interface entre a superfície dos grãos e os planos de clivagem. Aumento: 3.300 X.
- d) Superfície fraturada da mesma região da figura 6(b), mostrando um vazio e várias interações entre degraus de clivagem e poros. À direita da parte inferior do vazio pode-se observar degraus de clivagem divergentes saindo de um poro. Aumento: 1.500 X.

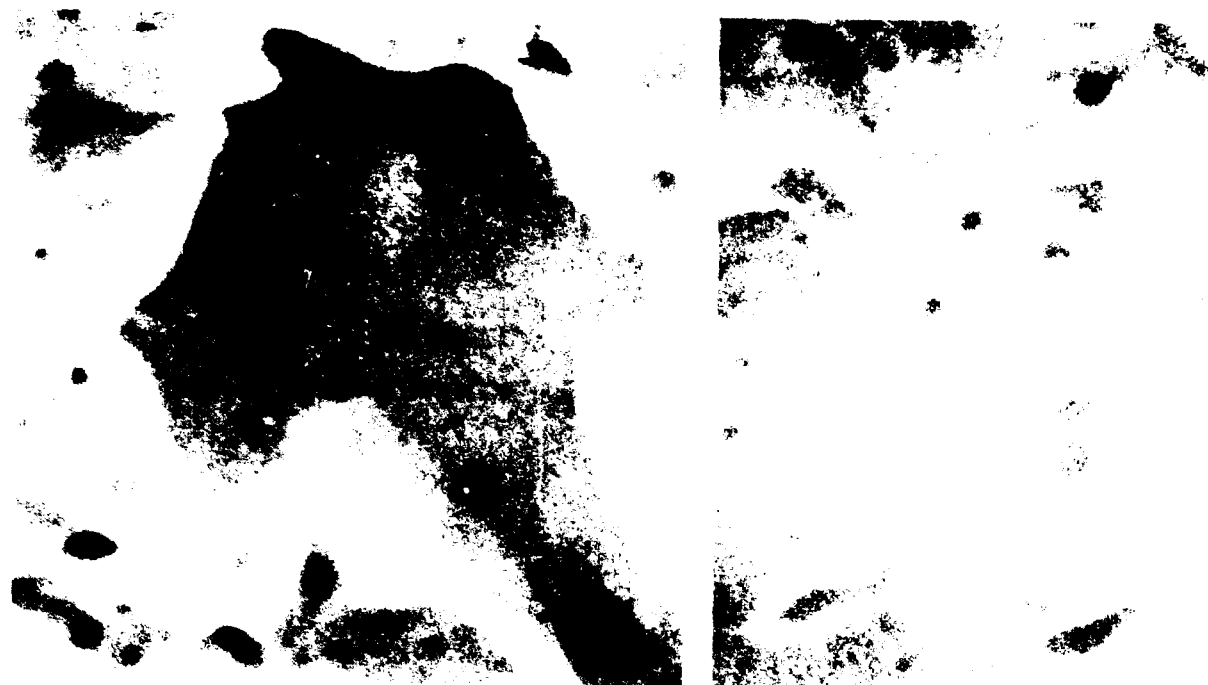


Figura 7 – Amostra 611, como na figura anterior.

- a) Detalhe do vazio da figura 6(d). Aumento: 7.500 X.
- b) Detalhe da região de clivagem na parte inferior da figura 6(d). Aumento: 7.500 X.

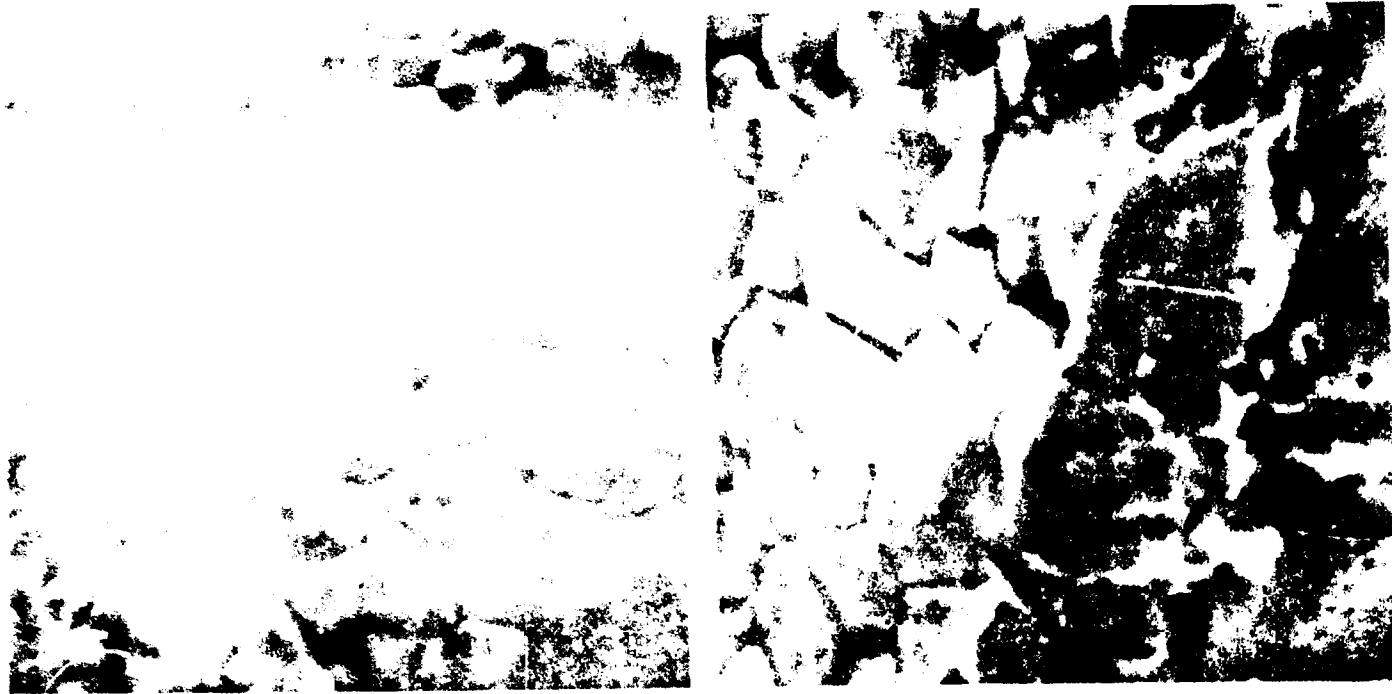


Figura 8 – a) Superfície basal da amostra 611, mostrando contornos de grãos após fratura. Aumento: 1.650 X.
b) Mesma amostra (Fragmento em cunha) um pouco abaixo do centro, pode-se observar um poro que se prolonga em duas direções, interconectando-se através dos grãos, para a direita. Aumento: 3.000 X.



Figura 9 – Corpo de prova nº 4, série 3, (93,9% DT), tensão de fratura: 880 MPa.

- a) Região de clivagem. Na parte superior, um pouco à direita, observa-se um vazio nucleando degraus de clivagem divergentes. Aumento: 3.150 X.
- b) Região junto à superfície lateral da pastilha mostrando segregação de porosidades na parte central inferior. Aumento: 1.650 X.



Figura 10 -- Amostra 47, série 5 (92,3% DT). Amostra não fraturada.

- a) Superfície lateral da pastilha mostrando um vazio e protuberâncias. Aumento: 1.700 X.
- b) Detalhe das protuberâncias da figura anterior. Aumento: 8.700 X.
- c) Detalhe do vazio que aparece na figura 10(a), mostrando o interior do mesmo. Aumento: 17.000 X



Figura 11 – Corpo de prova 43, série 5, (92,5% DT), tensão de fratura: 897 MPa. Pode-se observar a interconecção de 3 porosidades irregulares. Na parte superior do centro nota-se um ponto circundado por degraus de clivagem. Aumento: 7.500 X.



Figura 12 – Corpo de prova 43

- a) Observa-se o grande número de interações de poros com degraus de clivagem e com vazios. Aumento: 7.500 X.
- b) Detalhe da região interior. Aumento: 15.000 X.



Figura 13 – Corpo de prova 43. Pode-se observar o vazio que dá origem aos degraus de clivagem que aparecem no lado esquerdo superior da figura 12(a). A amostra sofreu uma inclinação de 2° e um giro de 12° , aproximadamente. Aumento: 8.000 X.

4.4 – Mecanismo da Fratura

Resumindo, o mecanismo da fratura das pastilhas de UO_2 estudadas pode ser descrito da seguinte maneira: 1 – A fratura se inicia nos poros ou vazios mais longos, onde a tensão necessária para a trinca inicial é inversamente proporcional ao maior diâmetro do poro ou vazio^(5,6); 2 – A clivagem se propaga interagindo com os poros presentes em certas orientações nos planos de clivagem, os quais para o UO_2 , são da família (111), como mostrado por Portnoff-Porñeuf⁽²⁰⁾; 3 – A propagação da clivagem se dá rápida e catastróficamente, originando o barulho que se ouve durante a fratura; 4 – A fragmentação total da pastilha sugere uma grande interação da clivagem com os poros.

5 – CONCLUSÕES

1) A tensão da fratura de pastilhas de UO_2 varia com a fração volumétrica dos poros, e varia com esta grandeza conforme a equação empírica de Igata⁽¹⁴⁾ et al.

2) O estudo fractográfico das pastilhas quebradas em compressão mostrou que a fratura é totalmente transgranular à velocidade de deformação de $5,5 \times 10^{-5} \text{ seg}^{-1}$.

3) As observações dos ensaios de compressão e o estudo fractográfico sugerem um mecanismo de fratura onde os poros e os vazios (regiões não sinterizadas completamente) têm um papel preponderante.

ABSTRACT

Compression tests were made with UO_2 pellets with grain size of 0.01 mm, approximately the same for all pellets, and with different porosities. The strain rate was $5,5 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$; the tests were performed at room temperature.

From fractographic studies and observations made during the compression tests, it was suggested that the pores and flaws resulting from sintering at 1650°C , play a fundamental role on the fracture mechanism of the UO_2 pellets.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BARCELOS, E. J. B. V. et alii. Metalografia quantitativa automática: algumas aplicações. [Trabalho apresentado ao 31º congresso anual da ABM, Belo Horizonte, 4-9 de julho, 1976].
2. BYRON, J. F. Yield and flow of polycrystalline uranium dioxide. *J. nucl. Mater.*, Amsterdam, 27:48-53, 1968.
3. _____. The yield and flow of single crystals of uranium dioxide. *J. nucl. Mater.*, Amsterdam, 28:110-4, 1968.
4. DE HOFF, R. T. & RHINES, F. N. *Quantitative microscopy*. New York, McGraw-Hill, 1968.
5. EVANS, A. G. & DAVIDGE, R. W. The strength and fracture of fully polycrystalline magnesium oxide. *Phil. Mag.*, London, 20:373-88, 1969.
6. _____ & DAVIDGE, R. W. The strength and fracture of stoichiometric polycrystalline UO_2 . *J. nucl. Mater.*, Amsterdam, 33:249-60, 1969.
7. FOGAÇA FILHO, N. et alii. Contribuição ao estudo da sinterabilidade de pós de UO_2 . [Trabalho apresentado ao 31º congresso anual da ABM, Belo Horizonte, 4-9 de julho, 1976].
8. _____ et alii. Contribuição ao estudo da sinterabilidade de U_3O_8 por dilatométria. *Metalurgia*, São Paulo, 32:35-40, 1976.
9. GALVÃO, C. R. et alii. *Contribuição ao estudo da compactabilidade de pós de UO_2* . São Paulo, Instituto de Energia Atômica, (IEA-437).
10. GUERIN Y. Étude par compression à hautes températures de la déformation plastique du dioxyde d'uranium polycristalline. *J. nucl. Mater.*, Amsterdam, 56:61-75, 1975.
11. HAYDT, H. M. et alii. *Pastilhas de UO_2 de elevada densidade*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, fev. 1968. (IEA-154).
12. _____ et alii. Sinterización de dióxido de uranio: influencia de las características de los polvos. In: CENTRO REGIONAL DE AYUDA TECNICA, Mexico, D. F. *Una vista interamericana, tecnologia de materiales: 2a. conferencia interamericana en tecnologia de materiales, 24-27 agosto 1970, Mexico, D. F.* Mexico, D. F., 1970. v.1, p.199-209.
13. HILLIARD, J. E. Measurement of volume in volume. In: DE HOFF, R. T. & RHINES, F. N. *Quantitative microscopy*. New York, McGraw-Hill, 1968. p.45-76.
14. IGATA, N. & DOMOTO, K. Fracture stress and elastic modulus of uranium dioxide including excess oxygen. *J. nucl. Mater.*, Amsterdam, 45:317-22, 1972/73.

15. MÉTODOS de ensaios de pós e de pastilhas de UO_2 [usados na Coordenadoria de Metalurgia Nuclear do Instituto de Energia Atômica]. 1974. (Relatório confidencial).
16. NISHIOKA, I *Importância da caracterização de pós de UO_2 para sinterização*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, jan. 1972. (IEA-259).
17. NISHIOKA, I *Influência da moagem sobre as características de sinterabilidade dos pós de UO_2* . São Paulo, Instituto de Energia Atômica, out. 1970. (IEA-223).
18. _____ et alii. *Nota preliminar sobre a caracterização de UO_2 para a fabricação de elementos combustíveis*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, nov. 1969. (IEA-194)
19. PETCH, N. J. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst.*, London, 25(174, pt.1):25-8, 1953.
20. PORTNOFF-PORNEUF, A. Clivage du bioxyde d'uranium. *J. nucl. Mater.*, Amsterdam, 2:186-8, 1960.
21. STEHLE, H. et alii. Limitations caused by UO_2 properties. In: *ADVANCED course on in-reactor behavior of water reactor fuels and its influence on design, manufacture and operation, organized by the Netherlands-Norwegian Reactor School at Institutt for Atomenergi, Norway, August 26-30, 1974*. S.n.t. [Datilografado].
22. SILVA, P. S. C. P. et alii. *Controle dimensional de pastilhas de urânio para o reator "RE-SUCO"*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, dez. 1964. (IEA-81).
23. SOUZA SANTOS, T. D. et alii. *Características estruturais de pastilhas retificadas de UO_2 para reatores nucleares*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, dez. 1973. (IEA-321).
24. _____ et alii. *Estudo experimental das principais variáveis para a produção de pastilhas de UO_2 para o reator sub-crítico "RE-SUCO"*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, dez. 1964. (IEA-82).
25. _____ et alii. *Fabricação dos elementos combustíveis de UO_2 para o conjunto sub-crítico "RE-SUCO"*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, mar. 1965. (IEA-92).
26. _____ et alii. *Present status of fuel element technology at the Instituto de Energia Atômica, São Paulo, Brazil*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, maio 1972. (IEA-271)
27. _____ et alii. *Principais características metalúrgicas dos elementos combustíveis fabricados para o conjunto sub-crítico "RE-SUCO"*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, jun. 1967. (IEA-143).

