

# "CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA FABRICAÇÃO DE PASTILHAS DE ${\rm UO_2}$ "

Nestor Fogaça Filho, Erberto Francisco Gentile Marcelo Breda Mourão, Tharcisio D. de Souza Santos e Heliton Motta Haydt.

PUBLICAÇÃO IEA 460 CMN 70

JANEIRO/1977

# "CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA FABRICAÇÃO DE PASTILHAS DE $\mathrm{UO_2}$ "

Nestor Fogaça Filho, Erberto Francisco Gentile Marcelo Breda Mourão, Tharcisio D. de Souza Santos e Heliton Motta Haydt.

COORDENADORIA DE METALURGIA NUCLEAR (CMN)

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA SÃO PAULO - BRASIL

APROVADO PARA PUBLICAÇÃO EM JUNHO/1976

# CONSELHO DELIBERATIVO

Eng<sup>o</sup> Hélcio Modesto da Costa Eng<sup>o</sup> Ivano Humbert Marchesi Prof. Admar Cervellini Prof. Sérgio Mascarenhas de Oliveira Dr. Klaus Reinach Dr. Roberto D'Utra Vaz

## SUPERINTENDENTE

Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

INSTITUTO DE ENERGIA ATÓMICA
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,

# "CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA FABRICAÇÃO DE PASTILHAS DE UO,"(1)

# Nestor Fogaça Filho<sup>(2)</sup>, Erberto Francisco Gentile<sup>(3)</sup>, Marcelo Breda Mourão<sup>(4)</sup>, Tharcisio D. de Souza Santos<sup>(5)</sup> e Heliton Motta Haydt<sup>(6)</sup>

#### RESUMO

Os autores procuram estaberece uma serie de comparações parametricas, referentes a pos de UO2 provenientes de duas origens distintas, ou seja, diuranato de amônio e tricarbonato de amônio e uranillo, fabricadas no Instituto de Energia Atômica.

E ressaltada a importância referente a facilidade de compactação dos pos, bem como necessidade de obtenção de microestrutura homogênea, tanto no que diz respecto a distribuição de poros, como no tamanho de grão.

A film de estabelecer os parametros de comparação foram efetuados todos os ensaios recomendados para contrôle de produtos na linha de fabricação de elementos combustiveis para reatores nucleares de potência, destacando o ensaio de ressinte/reação aplicado para observar a estabilização dimensional das pastilhas

#### 1 - INTRODUÇÃO

A Coordenadoria de Metalurgia Nuclear do Instituto de Energia Atômica vem dispendendo, nos ultimos anos, um esforço enorme no sentido de acompanhar o desenvolvimento da tecnologia de fabricação de elementos combustiveis para reatores tipo PWR, de acôrdo com o programa nuclear brasileiro. Dentro desse objetivo a Coordenadoria vem realizando uma série de experiências na área de cerâmica nuclear, com a produção de pastilhas sinterizadas de oxidos de urânio a partir dos sais diuranato de amônio e tricarbonato de amônio e uranilo nuclearmente puros, preparados pela Coordenadoria de Engenharia Química do mesmo Instituto.

O presente estudo de sinterabilidade de pós de UO, surgiu não só pela necessidade de se comparar pastilhas obtidas de diferentes pos entre si, mas também de confrontácilos com pastilhas produzidas no exterior, numa tentativa de determinar a linha mais adequada a ser adotada pela industria nacional

<sup>(1)</sup> Trabalho apresentado ao XXXI Congresso Anual da Associação Brasileira de Metais, Belo Horizonte, MG, de 04 a 10 de julho de 1976

<sup>(2)</sup> Membro da ABM, Engenheiro Meta urgista, Pesquisador Junior; Coordenadoria de Metalurgia Nuclear, Instituto de Energia Atómica, São Paulo, SP

<sup>(3)</sup> Membro da ABM, Mestre em Engenharia (Engenharia Metarurgica), Supervisor de agrupamento, Coordenadoria de Metalurgia Nuclear Instituto de Energia Atómica.

<sup>(4)</sup> Membro da ABM. Engenheirando em Metalurgia; bolsista Coordenadoria de Metalurgia Nuclear, Instituto de Energia Arómica, São Pauto SP

<sup>(5)</sup> Membro Honorario da ABM. Piotessor Catedrárico. Departamento de Engenharia Metalúrgica. Escola Politécnica USP; Coordenador Geral. Coordenadoria de Metalúrgia Nuclear, Instituto de Energia Atômica, São Paulo. SP

<sup>(6)</sup> Membro da ABM; Doutor em Engenharia (Engenharia Metaturgica), Coordenador de Área, Coordenadoria de Metaturgia Nuclear, IEA SP

#### 2 - MATERIAIS E MÉTODOS

Para a produção das pastilhas de  $\mathrm{UO}_2$ , que devem seguir as especificações usadas para os reatores de potência tipo PWR ("pressurized water reactor") foram utilizadas matérias-primas provenientes de dois processos distintos, desenvolvidos pela Coordenadoria de Engenharia Química.

O primeiro deles é o diuranato de amônio (DUA), obtido naquela Coordenadoria<sup>(2)</sup> de longa data, o qual tem sido largamente comentado nos trabalhos publicados pela CMN<sup>(6,7)</sup>.

O segundo sal, o tricarbonato de amônio e uranilo obtido mais recentemente naquela Coordenadoria, em escala de laboratório, tem cor amarelo-esverdeado, apresentando um caráter mais cristalino que o DUA

As micrografías eletrônicas de varredura, figuras 1 e 2, apresentam com facilidade a diferença estrutural dos dois pós, realçando as formas cristalinas do UO<sub>2</sub> de ATCU.

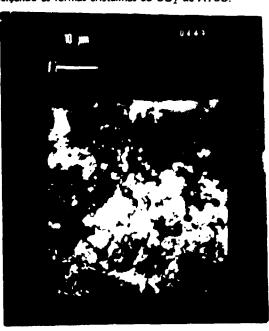


Figura 1 — Micrografia eletrônica de UO<sub>2</sub> proveniente de DUA, obtida por microscopia eletrônica de varredura. Aumento: 1000 X

Deve-se chamar atenção para o fato de que mesmo durante o processamento posterior, até atingir-se o estágio de pó de UO<sub>1</sub>, as formas dos cristalitos e aglomerados são conservadas.

O UO<sub>2</sub> utilizado para a confecção das pastilhas é, então, preparado através de calcinação, seguida de redução, do diuranato de amônio (DUA) ou tricarbonato de amônio e uranilo (ATCU) nuclearmente puros. Esses UO<sub>2</sub>, obtidos na forma de pó, apresentam as propriedades características apôs o processamento metalúrgico conforme as tabelas I e II.

O processo<sup>(5)</sup> empregado na preparação das pastilhas de UO<sub>2</sub> é identico para ambos os pós de UO<sub>2</sub>, ou seja: calcinação em forno de mufla, à temperatura entre 700 e 750°C por cerca de 10 h; redução do U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> a UO<sub>2</sub>, em forno de mufla, à 750°C por 30 minutos, através de hi rogênio; compactação do UO<sub>2</sub> em prensas manuais ou mecânicas de dupla ação; sinterização das pastilhas em

forno elétrico de mufta, com : esistência de molibdênio, sob atmosfera de hidrogênio, à temperatura de 1675°C e intervalos de tempos variáveis desde 1 até 6 h; retificação das pastilhas para acerto do diâmetro final em retificas tipo "centerless"



Figura 2 — Micrografia eletrônica de UO<sub>2</sub> proveniente de ATCU, por microscopia eletrônica de varredura Aumento. 1000 X

Paralelamente ao processo de fabricação das pastilhas de UO<sub>2</sub> existe uma série de controles, por meio de ensaios, com a finalidade de garantir que a qualidade do produto esteja dentro das estreitas especificações exigidas pela tecnologia de fabricação de elementos combustíveis nucleares.

Tabela I
Propriedades Características dos Pós

| MATERIAL        | Relação |                     | Densidade (g/d | Sup. Esp.     | Diâmetro<br>Médio |      |  |
|-----------------|---------|---------------------|----------------|---------------|-------------------|------|--|
|                 | 0/U     | Solta Batida Limite |                | BET<br>(m²/g) | Medio<br>(μ)      |      |  |
| UO₂             | 0.050   | 20                  |                |               |                   | 4.40 |  |
| (DUA)           | 2,058   | 2,2                 | 2,7            | 2,8           | 1,0               | 1,10 |  |
| UO2             | 2,120   | 1,8                 | 2,2            | 2,4           | 1,3               | 2,27 |  |
| (ATCU-2)        |         |                     |                |               |                   |      |  |
| UO <sub>2</sub> | 2,082   | 4.0                 |                |               |                   | 4.00 |  |
| (ATCU-3)        |         | 1,6                 | 1,9            | 2,0           | 1,8               | 1,80 |  |

O contrôle normal nos pos de UO<sub>2</sub> e efetuado através de ensaios de densidades, relação O/U, superfície específica (processo BET) e diâmetro médio de particula (método Fischer), além da análise granulométrica, efetuada por peneiramento e complementada pela balança de sedimentação Esses ensaios seguem todo o processamento do pó até a confecção da pastilha, a qual sofre um novo contrôle de maneira a uniformizar o produto obtido na operação de compactação

Tabela II

Distribuição Granulométrica dos Pós de UO<sub>2</sub>

| Classes                | Porcentagem Retida (%)  |                          |                          |  |  |  |
|------------------------|-------------------------|--------------------------|--------------------------|--|--|--|
| Granulométricas<br>(μ) | UO <sub>2</sub> (DUA-N) | UO <sub>2</sub> (ATCU-2) | UO <sub>2</sub> (ATCU-3) |  |  |  |
| + 149                  | 0,9                     | 8,0                      | 0,3                      |  |  |  |
| - 149 + 105            | 7,0                     | 9,0                      | 10,0                     |  |  |  |
| - 105   +   74         | 15,1                    | 13,0                     | 24,0                     |  |  |  |
| - 74 + 53              | 24,8                    | 13,7                     | 19,0                     |  |  |  |
| - 53 + 44              | 6,2                     | 5,1                      | 6,0                      |  |  |  |
| <b>- 44 + 11</b> 10,5  |                         | 11,8                     | 16,0                     |  |  |  |
| - 11 + 8               | 8,5                     | 18,2                     | 5,5                      |  |  |  |
| - 8 + 6,5              | 5,5                     | 6,6                      | 3,0                      |  |  |  |
| - 6,5 + 5,6            | 3,7                     | 3,7                      | 1,5                      |  |  |  |
| - 5,6 + 4,5            | 2,4                     | 2,9                      | 2,0                      |  |  |  |
| - 4,5 + 3,2            | 7,9                     | 4,3                      | 1,6                      |  |  |  |
| - 3,2 + 2,6            | 1,9                     | 1,5                      | 1,0                      |  |  |  |
| - 2,6 + 2,3            | 2,4                     | 1,5                      | 0,6                      |  |  |  |
| - 2,3 + 2,0            | 3,0                     | 0,7                      | 0,5                      |  |  |  |
| TOTAL                  | 100,0                   | 100,0                    | 100,0                    |  |  |  |

Seguem-se, então, os ensaios necessários para qualificar o produto final, ou seja, a pastilha de UO2 sinterizada. Normalmente os ensaios dessa fase são: densidade geométrica e hidrostática, ensaios dimensionais, determinação de porosidade aberta e fechada, umidade e ensaio de ressinterização. O objetivo deste último é determinar qual o grau de estabilidade da microestrutura.

# 3 - RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

Pode-se dividir os resultados obtidos através dos controles efetuados durante o processamento, em duas partes. A primeira ligada ao contrôle de fabricação da pastilha pelo método de prensagem, conforme exposto no item anterior e a segunda englobando os resultados referentes ao processo de sinterização e o contrôle do produto obtido

Os característicos dos pós de UO<sub>2</sub> submetidos ao processo de compactação, apresentados na tabela I, mostram que dever-se la esperar uma certa facilidade para compactar o pó de UO<sub>2</sub> proveniente do DUA em relação aos outros, provenientes do processo ATCU listo, devido a alta densidade solta do pó e ao diâmetro médio menor que os demais; com isto pode-se esperar menor retenção de ar entre as partículas do pó quando colocado na matriz para compactação e, portanto, maior compactabilidade do pó. Está claro que, para esta maior facilidade de compactação concorrem ainda a forma e distribuição granulométrica (tabela II). A forma apresentada pelos cristalitos dos pos, também favorece ao UO<sub>2</sub>

proveniente do DUA, uma vez que tendo formas arredondadas e de tamanho menor em média, apresenta maior capacidade de acomodação durante a prensagem (Ver figuras 1 e 2).

Entretanto, os valores obtidos para a superfície específica (método BET), fazem com que se espere uma maior facilidade de sinterização para os pós obtidos pelo processo ATCU, destacando-se aí o UO<sub>2</sub> obtido do ATCU – 3, para o qual a superfície específica e quase o dobro da do obtido a partir do DUA.

A distribuição granulométrica apresentada na tabela II mostra uma maior quantidade de finos para o UO<sub>2</sub> proveniente do DUA, o que acaba refletindo numa maior compactabilidade desse material em relação aos outros. Deve se ressaltar, porem, que o UO<sub>2</sub> proveniente do ATCU — 2 deverá apresentar maior facilidade de compactação que o ATCU — 3 devido a maior quantidade de finos existentes no primeiro.

Esses três pós de UO<sub>2</sub> foram compactados pelo mesmo processo e os característicos das pastilhas cilindricas obtidas estão apresentados na tabela III

|           | Tabe          | la III       |       |       |
|-----------|---------------|--------------|-------|-------|
| Dados ref | erentes a pas | itilhas de U | JO, a | verde |

| Propried<br>Mat. | Pressão Pré<br>Compactação<br>(t/cm²) | Pressão<br>Compactação<br>(t/cm') | Altura<br>Diâmetro | Densid<br>solta<br>(g/cm³) | Densid.<br>a verde<br>(g/cm <sup>3</sup> ) | d <sub>v</sub> /d <sub>s</sub> |
|------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|--------------------|----------------------------|--|--------------------------------|
| UO <sub>2</sub>  |                                       | 0.9                               | 1,5                | 2,2                        | 4,96                                       | 2,25                           |
| (DUA-78)         | -                                     | 2,0                               | 1,5                | 2,2                        | 5,35                                       | 2,43                           |
| UO <sub>2</sub>  |                                       | 0,9                               | 1.5                | 1,8                        | 4,60                                       | 2,56                           |
| (ATCU-2)         | 0,95                                  | 2,0                               | 1,5                | 2,1                        | 5,42                                       | 2,61                           |
| UO <sub>2</sub>  | _                                     | 0,9                               | 1,5                | 1,6                        | 4,48                                       | 2,80                           |
| (ATCU-3)         | 0.95 (*)                              | 2,0                               | 1.5                | 2,6                        | 5,28                                       | 2,02                           |

<sup>(\*)</sup> Com adição de 0,5% de estearato de zinco, como lubrificante

Para melhor se comparar os resultados obtidos durante o controle de compactação, foram mantidos constantes as dimensões geométricas das pastilhas, ou seja, todo o estudo foi efetuado para pastilhas com uma relação altura/diâmetro constante e igual a 1,5. Isto para que os gradientes de esforços nas diversas pastilhas permaneca aproximadamente constante.

Durante a compactação observou se uma série de peculiaridades inerentes ao processo, as quais mereceram amplas discussões em trabalho<sup>(3)</sup> anteriormente apresentado por esta Coordenadoria

Observando-se a tabela III, vê-se que a previsão feita, quanto a compactabilidade dos pós, foi perfeitamente verificada, tendo se as pastilhas de UO<sub>2</sub> a partir do DUA apresentado maiores densidades a verde; mesmo quando empregou-se a tecnica de pre-compactação para os pós de UO<sub>2</sub> provenientes do processo ATCU. Deve se ressaltar que não havendo pré-compactação, é válido observar-se que para o UO<sub>2</sub> do DUA a relação entre densidade a verde (d<sub>v</sub>) e densidade solta do po (d<sub>s</sub>) é mínima; o que corrobora com a idéia de facilidade de compactação<sup>(3)</sup>. A tabela III mostra, também, que quando a pré-compactação diminui a relação d<sub>v</sub>/d<sub>s</sub>, ela concorre no sentido de melhorar a compactabilidade dos

pós de UO<sub>2</sub> provenientes do ATCU Isto realmente ocorreu na prática, permitindo que a densidade a verde das pastilhas atingisse o intervalo de 5,0 a 6,0 g/cm<sup>3</sup>, faixa ideal para que as densidades requeridas para pastilhas sinterizadas sejam alcançadas. Estes valores não eram atingidos pelos pos de UO<sub>2</sub> (ATCU) antes da pré-compactação, posto que as pastilhas se apresentavam trincadas após a compactação direta, para pressões acima de 1.0 t/cm<sup>2</sup>.

Essas pastilhas compactadas foram, então, sinterizadas em um forno elétrico de mufla, a 1675°C sob atmosfera de hidrogênio (tipo C) e nitrogênio (tipo R) na relação de 9 para 1, respectivamente. A operação em si envolveu um consumo de 2 m³/h de hidrogênio, sendo que a mesma foi efetuada numa campanha de 150 horas contínuas.

Todas as pastilhas foram sinterizadas a 1675°C, porém a diferentes tempos com o objetivo de observar-se a evolução da micro-estrutura durante o processo de sinterização.

A tabela IV apresenta uma série de dados obtidos pelos ensaios efetuados, durante o controle das pastilhas após a sinterização.

Tabela IV

Propriedade de Pastilhas de UO<sub>2</sub> Sinterizadas

| Propr           | Dens a<br>verde<br>(g/cm³) | Tempo de<br>Sinter<br>(h) | <b>h/</b> $\phi$ | Densid<br>Sinter<br>(g/cm <sup>3</sup> ) * | Porosidade<br>Fechada<br>(%) | Tamanho<br>de grão<br>(μm) | $\frac{\rho_{s}-\rho_{v}}{\rho_{s}}$ |
|-----------------|----------------------------|---------------------------|------------------|--|------------------------------|----------------------------|--------------------------------------|
| UO <sub>2</sub> | 4,96                       | 3                         | 1,5              | 9,96                                       | 13,9 ± 2,4                   | 13,9 ± 3,6                 | 0,50                                 |
| (DUA)           | 5,35                       | 4                         | 1,5              | 10,04                                      | 10,4 ± 8,3                   | 14,1 ± 2,1                 | 0,47                                 |
| UO <sub>2</sub> | 4,60                       | 3                         | 1,5              | 9,66                                       |                              | <del>-</del>               | 0,52                                 |
| (ATCU-2)        | 5,42                       | 1                         | 1,5              | 10.12                                      | -                            | _                          | 0,46                                 |
| UO <sub>2</sub> | 4,48                       | 3                         | 1,5              | 9,97                                       | 12,1 ± 2,5                   | 6,6 ± 1,9                  | 0,55                                 |
| (ATCU-3)        | 5,28                       | 1                         | 1,5              | 10,17                                      | 9,8 ± 3,7                    | 8,3 ± 3,1                  | 0,48                                 |

# (\*) Densidade Geométrica

Nota-se, a primeira vista, que as pastilhas de UO<sub>2</sub> (ATCU) apresentaram densidades pouco superiores às do UO<sub>2</sub> (DUA) para tempos bem menores de sinterização, quando as mesmas foram submetidas a operação de pré-compactação devido, provavelmente, à diminuição da porosidade dos cristalitos, pela quebra dos mesmos. Esse fato é corroborado pela medida de porosidade fechada, efetuado por metalografia quantitativa<sup>(1)</sup>, a qual apresenta-se bem inferior no caso do UO<sub>2</sub> (ATCU). As Figuras 3 e 4 mostram aspectos microestruturais de uma secção transversal de duas pastilhas de UO<sub>2</sub>, uma proveniente do DUA e a outra do ATCU – 3. Nestas observa-se que não existe grande diferença na porosidade apresentada, a não ser uma pequena heterogeneidade de distribuição da de UO<sub>2</sub> (DUA) em relação a do UO<sub>2</sub> (ATCU – 3). Pode-se observar, ainda, que os poros das pastilhas fabricadas a partir do UO<sub>2</sub> (DUA) são maiores e de formas mais irregulares apesar de serem mantidos por tempos iguais à temperatura de sinterização.



Figura 3 — Micrografia de secção transversal de pastilha de UO<sub>2</sub> (DUA), mostrando o aspecto de distribuição de porosidade. Pastilhas sinterizadas por 3 horas a 1675°C. Aumento: 500 X

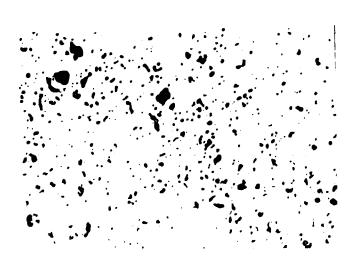


Figura 4 — Micrografia de secção transversal de pastilha de UO<sub>2</sub> (ATCU), mostrando o aspecto de distribuição de porosidade. Pastilha sinterizada por 3 horas a 1675°C. Aumento: 500 X

A Figura 5 apresenta uma micrografia da secção transversal de uma pastilha de UO<sub>2</sub> (DUA) sinterizada por 4 h a 1675°C, a qual evidencia uma região de poros segregados, devido provavelmente a aglomerados não desfeitos durante a compactação. No caso da Figura 6, tenta-se mostrar que a pastilha de UO<sub>2</sub> (ATCU — 3) apesar de ser sinterizada a 1675°C por apenas 1 hora tem uma melhor distribuição de poros na matriz, embora estes sejam de tamanhos maiores. Isso resultaria na possibilidade de atingir-se maiores densidades sinterizadas, apenas com maior tempo de sinterização, uma vez que esses poros apresentam-se com tamanhos e formas bem diversas e não arredondados.



Figura 5 — Micrografía de secção transversal de pastilha de UO<sub>2</sub> (DUA), mostrando o aspecto de porosidade. Pastilha sinterizada por 4 horas a 1675°C. Aumento: 65 X

Quanto ao tamanho de grão obtido nas diferentes pastilhas, chega-se à conclusão de que o UO<sub>2</sub> (DUA) apresenta maior tamanho de grão que o do UO<sub>2</sub> (ATCU) para um mesmo tempo de sinterização e que para o mesmo pó quanto maior e o tempo de sinterização maior a homogeneidade de tamanho, isto é, menor a dispersão do valor médio obtido. Esse controle foi efetuado através de metalografia quantitativa automática, com a técnica desenvolvida na Coordenadoria<sup>(1)</sup>. A tabela IV apresenta os valores obtidos para o tamanho de grão de pastilhas fabricadas com os diversos pós.



Figura 6 — Micrografia de secção transversal de pastilha de UO<sub>2</sub> (ATCU), mostrando o aspecto de distribuição de porosidade. Pastilha sinterizada por 1 hora a 1675°C. Aumento: 100 X

As micrografias das Figuras 7 e 8 mostram o aspecto do tamanho de grão de secções transversais de pastilhas sinterizadas, onde pode se observar a grande quantidade de poros existente, demonstrando que o processo de sinterização está ainda no seu segundo estágio, apesar das 3 horas usadas no mesmo.

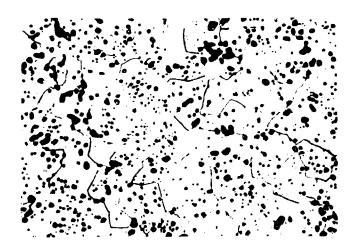


Figura 7 — Micrografia de secção transversal de pastilha de UO<sub>2</sub> (DUA), com aspecto do tamanho de grão. Pastilha sinterizada por 3 horas. Ataque: 10% HNO<sub>3</sub> — 90% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Aumento: 500 X

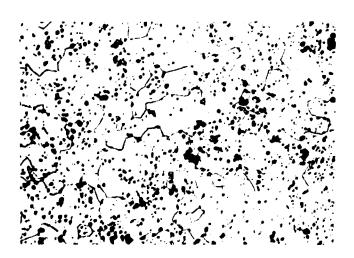


Figura 8 — Micrografia de secção transversal de pastilha de UO<sub>2</sub> (ATCU) em aspecto de tamanho de grão. Pastilha sínterizada por 3 horas. Ataque: 10% HNO<sub>3</sub> — 90% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Aumento: 500 X

Essas pastilhas submetidas ao ensaio de ressinterização, a 1700°C por 24 hs, sob atmosfera de hidrogênio, apresentaram características bem diversas, as quais podem ser observadas na tabela V

Pode-se depreender dos resultados obtidos que as pastilhas de UO<sub>2</sub> ATCU mostraram menor retração e dentro desse aspecto o UO<sub>2</sub> de ATCU — 3 foi o mais estável. Entretanto, o UO<sub>2</sub> (DUA) foi o que atingia densidades maiores com menor pressão de compactação, evidenciando uma estabilização de microestrutura em altas densidades.

Tabela V

Características das Pastilhas Submetidas à Ressinterização

| Pressão<br>Compactação<br>(t/cm²) | UO <sub>2</sub> (DUA)     |                              |           | UO <sub>2</sub> (ATCU-2)  |                            |                   | UO <sub>2</sub> (ATCU-3)  |   |                   |
|-----------------------------------|---------------------------|------------------------------|-----------|---------------------------|----------------------------|-------------------|---------------------------|---|-------------------|
|                                   | ρ <sub>s</sub><br>(g/cm³) | · ρ <sub>rs</sub><br>(g/cm³) | Δρ<br>(%) | $ ho_{ m s}$ (g/cm $^3$ ) | ρ <sub>rs</sub><br>(g/cm³) | Δ <i>ρ</i><br>(%) | $ ho_{ m s}$ (g/cm $^3$ ) | ρ <sub>rs</sub><br>(g/cm <sup>3</sup> ) | Δ <i>ρ</i><br>(%) |
| 1,4                               | 9,87                      | 10,37                        | 5,1       | 10,07                     | 10,43                      | 3,5               | 10,12                     | 10,26                                   | 1,4               |
| 2,0                               | 10,12                     | 10,42                        | 3,8       | 10,12                     | 10.41                      | 2,9               | 10,18                     | 10,35                                   | 1,7               |
| 2,3                               | 10,19                     | 10,46                        | 3,6       | 10,19                     | 10,43                      | 2,4               | 10,18                     | 10,36                                   | 1,8               |

## 4 - CONCLUSÕES

Os controles efetuados durante a fabricação das pastilhas, confeccionadas com pós de UO<sub>2</sub> de diversas origens, permitem concluir o seguinte:

- 1) Os pós de UO<sub>2</sub> provenientes do DUA apresentaram maior compactabilidade que os UO<sub>2</sub> (ATCU), sendo a diferença entre densidade solta do pó e densidade à verde da pastilha um bom índice de previsão desse comportamento, tendo como base uma só pressão de compactação.
- 2) Os ensaios de contróle granulometrico dos pós mostraram que o UO<sub>2</sub> proveniente de DUA apresentou maior teor de finos; isto, provavelmente leva a uma maior densidade solta do pó e consequentemente, maior facilidade de compactação do mesmo
- 3) Os pós UO<sub>2</sub> (ATCU) mostraram maior sinterabilidade que os provenientes do DUA, embora necessitassem de pré-compactação
- 4) A microestrutura da pastilha de UO<sub>2</sub> (DUA) apresentou maior heterogeneidade na distribuição de poros nas pastilhas de UO<sub>2</sub> (DUA) resultaram maiores que o do UO<sub>2</sub> (ATCU) para igual tipo de sinterização.
- 5) A sinterização por tempos mais prolongados conduz a uma maior homogeneidade do tamanho de grão, isto é, o desvio padrão da media é diminuido.
- 6) O UO<sub>2</sub> (ATCU) apresentou se mais estável, no ensaio de ressinterização, porém o UO<sub>2</sub> (DUA) foi o que atingiu maiores densidades com menores pressões de compactação

### **ABSTRACT**

The authors try to stablish a set of parametric comparisons related to UO<sub>2</sub> powders of two different origins as the ammonium diuranate and the ammonium uranyl carbonate prepared at the Instituto de Energia Atômica, São Paulo

It is emphasized the importance due to the pressing capability of the powders and the requirement for homogeneous microstructure for both, the pore distribution and the grain size

In order to establish the parameters of comparison, all the required normal tests for the in-process control of fabrication of fuel elements for nuclear power reactors were performed, particularly to the re-sintering test, in view of the evaluation of dimensional stability of the pellets

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BARCELOS, E. J. B. V. et alii. Metalografia quantitativa automática: algumas aplicações. [Trabalho apresentado ao 31º congresso anual da ABM, Belo Horizonte, 4 a 10 de julho, 1976].
- FRANÇA JUNIOR, J. M. Usina piloto de purificação de urânio pelo processo de colunas pulsadas em operação no Instituto de Energia Atômica. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, out. 1972. (IEA-277)
- 3. GALVÃO, C.R. et niii Contribuição ao estudo da compactabilidade de pós de UO<sub>2</sub>. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, (IEA-437).
- 4. HAYDT, H. M. et alii. Sinterización de dióxido de uranio: influencia de las características de los polvos. In: CENTRO REGIONAL DE AYUDA TÉCNICA, México, D. F. Una vista interamericana, tecnologia de materiales: 2º conferencia interamericana em tecnologia de materiales, 24-27 agosto, 1970, México, D. F. México, D. F., 1970, v.I, p. 199-209.
- NISHIOKA, I. Importância da caracterização de pós de UOn para sinterização. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, jan. 1972. (IEA-259).
- 6. \_\_\_\_\_ et alii. Nota preliminar sobre a caracterização de UO<sub>2</sub> para a fabricação de elementos combustíveis. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, nov. 1969. (IEA-194).
- SOUZA SANTOS, T. D. et alii. Estado atual dos desenvolvimentos tecnológicos de combustíveis nucleares no Instituto de Energia Atômica. Metalurgia, São Paulo, 27:791-800, 1971.