

# ESTUDO DAS LIGAS ALUMINIO -- URÂNIO

# PARTE I - TÉCNICAS EXPERIMENTAIS PARA MICROSCOPIAS ELETRÔNICA E ÓTICA

Ney Freitai de Quedros Francisco Ambrózio Filho Erberto Francisco Gentile e Nestor Pogaça Filho

PUBLICAÇÃO IEA 444 CMN 66

NOVEMBRO/1976

PUBL 1EA 444 CMN 66

## ESTUDO DAS LIGAS ALUMÍNIO - URÂNIO

## PARTE I - TÉCNICAS EXPERIMENTAIS PARA MICROSCOPIAS ELETRÔNICA E ÓTICA

Ney Freitas de Quadros Francisco Ambritizio Friho Erberto Francisco Gentile e Nestor Fogaça Filho

## COORDENADORIA DE METALURGIA NUCLEAR (CMN)

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA SÃO PAULO - BRASIL

APROVADO PARA PUBLICAÇÃO EM ABRIL/1976

#### CONSELHO DELIBERATIVO

Eng<sup>o</sup> Hélcio Modesto da Costa Eng<sup>o</sup> Ivano Humberi Marchesi Prof Admar Cervellini Prof Sérgio Mascarenhes de Oliveira Or Klaus Reinach Dr Roberto O Utra Vaz

#### SUPERINTENDENTE

Prof Dr Rômulo Ribeiro Pieroni

INSTITUTO DE ENERGIA ATÓMICA Caixa Postal 11.049 (Pinheiros) Cidade Universitària Armando de Salles Oliveira SÃO PAULO - BRASIL

NGTA. Este trabalho foi conferido pelo autor depois de composto e sua rédação astá conforme o original sem qualquér correção ou mudançe

## ESTUDO DAS LIGAS ALUMINIO - URĂNIO

## PARTE I - TÉCNICAS EXPERIMENTAIS PARA MICROSCOPIAS ELETRÔNICA E ÓTICA<sup>(R)</sup>

Ney Freites de Quadros<sup>(2)</sup>, Francisco Ambrozio Filho<sup>(2)</sup> Erberto Francisco Gentila<sup>(3)</sup> e Nestor Fogaça Filho<sup>(4)</sup>

#### RESUMO

São estudades técnicas experimentais para microscopias ótica e eletrônica em ligas de alumínio-uranio (27%) silício (3%) e elumínio-uranio (13%) com o fim de estudar a morfologie e a distribuição não só das fases como dos elementos presentas nas mesmas. A liga de composição autética foi creacida directionalmente enquento e outra sofreu uma laminação e quanta para raduzir e espesaure do lingote de 25.4 para 6 mm. Através de estadue seletivo de metriz conseguiram-se resultados bestente setisfatórios em microscopia electrônica de variedura. Estudaram-se fraturas na liga hipereutática obtando-se uma idéia nasi da morfologia da fase primária U(A) Si)<sub>3</sub> que aparace como grandes cubos com erestas de ordem de 60 microns. O eutático apresentou se fibroso e cilíndrico na liga hipereutática e como plaquetas orientadas na liga eutética solidificada unidirecionalmente. As fibras da primeira apenar sofrerem fratura quando se ancontravam em posições sensivalmente perpendiculares à direção de laminação. Nas amostras submetidas eo ensuío de tração revelaram-se elgumas regiões que constituem uma rede provavalmente de alumínio tendo sido feita uma hipótese pere explicar o fenômeno.

Esta artigo à a primeira parte de um trabalho a ser publicado brevemente sobre o comportamento de ligas de siumínio-uránio a de ligas de siumínio relacionado com problemas a fabricação de elementos combustíveis para restores.

#### INTRODUÇÃO

A Coordenadoria da Metalurgia Nuclear do Instituto de Energia Atômica tem publicado inúmeros trabelhos<sup>(9,1)</sup> sobre ligas alumínio uranio estudando desde tratamentos pirometalúrgicos de sistemas Al U<sup>(9)</sup> até o campo de microestruturas destas ligas. A ultima desta série de publicações<sup>(1)</sup> estuda pormenorizadamente a morfologia do eutetico binário Al U e de ligas com composições próximas à da autética

Estas ligas são usadas como nucleo de chapas, que constituirão os elementos combustíveis planos, para rectoras de pasquisa (tipo para ansaio de materiais e produção de radioisótopos) como o do IEA.

<sup>(1)</sup> Trabalho apresentado ao 1º Congresso Brasileiro da Enganharia a Ciência dos Materiais. Realizado no Instituto Militar de Enganharia. Rio de Janeiro. GB de 7 e 11 de janeiro de 1973.

<sup>(2)</sup> Engenheiro Metalurgista Mestra em Engenheria Metalúrgica membro de ABM Coordenadoria de Metalurgia Nuclear Instituto de Energia Atômica SP

<sup>(3)</sup> Engenheiro Metelurgiste è Nuclear Mestre em Engenheria Metalúrgica, Coordenadoria de Metelurgia Nuclear Instituto de Energia Atômica SP

<sup>(4)</sup> Engenheiro Metalurgiste Coordenadona de Metalurgia Nuclear Instituto da Enargia Atômica SP.

Atualmente ha necessidade imperiosa de se aumenter a potencia do reator do JEA (JEAR-1) para 10 MW e para atender é demanda dessas placas a CMN intensificou suas pesquisas neste campo a fim de resolver alguns problemes de fabricação itendo em vista um controla de qualidade mais axigente

As ligas de aluminio-uranio usadas em reatores do tipo |EAR| = 1 contém de 20 a 25% de U enfriquecido a aproximadamente 93% no isótopo U-235 Estas ligas apresentem uma quantidade razoável fase primária UAI<sub>4</sub> a qual dimínui bastante a dutilidade destas materiais<sup>(7,8,10)</sup> Esta fase proeutética pode ser evitada pela supressão da reação peritetica L + UAI<sub>3</sub>  $\rightarrow$  UAI<sub>4</sub> o que pode ser obtido atraves da adição de um terceiro elemento sendo que o Si aparece como o mais apropriado<sup>(7,8,5,10)</sup> Desta maneira obtem se uma microestrutura cuja fase primária é agora o UAI<sub>3</sub> que apresente algum Si formando um composto intermetálico U(A1,Si)<sub>3</sub>, o qual parece ser menos danoso para as propriedades mecanicas dessas higas<sup>(10)</sup>

No estágio atual de desenvolvimento do trabalho é de fundamental importancia o estabelecimento de técnicas para obtenção dessas ligas de maneira que o produto final possua uma distribuição bastante uniforme do elemento físsil e uma dutilidade compativel com o material de revestimento que protegerá o nucleo combustível. Para isto torna se necessário desenvolver técnicas experimentais para o estudo da distribuição da morfologia e das fases presentes bem como da influencia desse microestrutura sobre as propriedades mecanicas. Cumpre observar também a necessidade de se estudar o efeito de alguns elementos da ligal que inibem o aparecimento da fase primária UAI<sub>4</sub>, e modificam as propriedades mecânicas das mesmas

Este trabalho mostra as tecnicas experimentais Usadas para o estudo da morfologia a da distribuição das fases presentes e também alguns resultados experimentais que indicam as boas possibilidades destas técnicas

#### 2 - MATERIAIS E MÉTODOS

Usou se uma liga fundida em forno de mufia a 800°C e refundida em forno de resistencia a 950°C vazada em lingoteira de ferro fundido de forma prismática com espessura média de 25 mm a anélise química realizada em 14 amostras acusou um teor medio de U de 27%

O lingote foi faminado a uma temperatura de 550°C eté uma espassura final de 8 mm, am um laminador de precisão Stannat Mann A placa obtida foi dividida em quatro seções transversais à direção de laminação. De cada seção foram retirados 7 corpos de prova para ensaios de tração em uma máquina Instron. As amostras para a enálise química foram retiradas de cada um dos corpos de prova de tração das duas seções superiores, com cuidados especiais. A figura 1 mostra a disposição dos corpos de prova e a nomenclatura usade. O eixo de tração e a direção de laminação são paralelos.

Os ensaios de tração foram realizados a uma velocidade de deformação de aproximadamente 2.5 X 10<sup>-4</sup> seg<sup>-1</sup> (nominal) com um deslocamento do esbeçote móvel de 0.05 cm/min as temperaturas de 450.500 e 550°C. Esta faixa de temperaturas foi escolhide porque o interesse fundamental é estudar o comportamento plástico dessas ligas em torno da temperatura de colaminação. Os resultados destes ensaios serão objeto de outro artigo dos mesmos autores a ser publicado brevemente

Os corpos de prova para microscopias ótica e eletrônica foram preparados por lixamento, em lixas de carboneto de silício, de granas 180, 320, 400 e 600, e polidas mecanicamente, com pastas de diamante de 6 e 1 micron. O polimento final foi feito eletroliticamente no aperelho Elypovista da Zeiss-Jene descrito anteriormente<sup>(6)</sup>, usando se como eletrólito uma solução com a seguinte composição volumetrica.

- ácido parciónico 20%
- alcool atilico 70%
- etileno glicol 10%

Os corpos de prova foram examinados por microscopia ótica como um controla para observação do mesmo na micro sonda Cambridge de semi focalização acoplada a um Microscópio Eletrônico de Varredura Cambridge-S4, para a realização de análise qualitativa dos elementos U, Al e Si, tendo em vista a distribuição de suas concentrações. No caso de microscopia eletrônica de varredura procurou se obter ataque diferencial e profundo. Após experimentar se uma grande série de reagentes optou se por uma solução deluída de soda cáustice usada a temperatura de ebulição seguida por uma nautralização com ácido nítrico diluído a temperatura ambiente. Os tempos de ataque variaram de 5 a 30 seg, usando se a técnica de ataques sucessivos.

O procedimento empregado permitiu o ataque seletivo da fase α, que é praticamente alumínio puro que constitui a matriz

Para o estudo de difração de raios X com a micro sonda usou se os cristais. KAP (linha M— α — 1) para o uranio e o cristal PET (linha K— α ~ 1) para o alumínio e o silício

#### 3 - RESULTADOS EXPERIMENTAIS

#### 31 - Microscopia Ótica

As figuras 2 e 3 mostram as microestruturas das seções transversais e longitudinais da liga em estudo. Na figura 2 é apresentada a microestrutura representativa da região S4S, conforme nomanclatura adotada na figura 1 enquanto na figura 3 é mostrada a microestrutura da região S31. Apesar dos aumentos usados serem diferentes pode se afirmar que a região superior (S4S) e a região inferior (S31) apresentam microestruturas semelhantes.

#### 3.2 - Análise Qualitativa por Micro-Sonda

As figuras 5 6 e 7 apresentam a distribuição dos elementos que constituem a liga em observação. A figura 4 é uma micrografia tirada na micro sonda com um feixa de eletrons incidente normal (ou seja sem usar os raios X). O corpo de prova foi retirado de uma zona central da parte superior da placa laminada (S4S) de acordo com a figura 1. A micrografia aparece um pouco fore da foco porque a micro sonda utilizada é de sami focalização<sup>(3)</sup>. A fase primária, que ocupa a maior parte da área fotografada é o U(A(,Si)<sub>3</sub>, uma vez que o Si presente (cerca da 3%), inide a reação peritética, impedindo a transformação do UAI<sub>3</sub> em UAI<sub>4</sub><sup>(4)</sup>. No lado esquerdo das figuras 4, 5, 6 e 7, pode se observar as fibras do eutético as quais emergem na matriz de alumínio sendo que a fase eutética rica em uránico deve ser o UAI<sub>4</sub><sup>(5)</sup>, o que será confirmado por análise semi-quantitativa na micro sonda. A distribuição do U do AI e do Si são mostradas nas figuras 5, 6 e 7, respectivamente. A figura 7 mostra a distribuição do Si podendo se notar que este elemento está distribuição tanto na fase primária quanto na matriz. Estas micrografias mostram a distribuição dos elementos em uma seção transvarsal.

As figuras 8 e 9 apresentam a distribuição do U e do Si respectivamente, na mesma região, anterior porám com menor aumento, para que se tenha uma idéia mais geral da mesma

A figura 10 é uma micrografia normal tirada na micro sonde de uma amostra longitudinal (mesma região anterior) e a figura 11 mostra a distribuição do U O Ai e o Si possuem uma distribuição equivalente às já apresentadas

# 3 3 - Microscopia Eletrônica de Varredura

### 3 3 1 - Micrografias

A figura 12 mostra uma fotomontagem da amostra S31L (pela figura 1, trata se de um corpo de prova retirado da terceira posição a partir da esquerda, da parte inferior da amostra de tração longitudinalmente) atacada durante 15 segundos com soda câustica diluída e temperatura de ebulição e neutralizada com ácido nítrico diluído durante 20 segundos a temperatura ambiente. Quatro áreas se apresentam como fundamentais a primeira é o quadrante que contém a fase primária a qual aparece como um retângulo (110 X 80 micra) e está situada na parte inferior direita da fotomontagem, e que foi tomada como referência, a segunda é o quadrante a esquerda do referencial que contém uma colônia autética am forma de pluma e qual em sua maior dimensão, mede aproximadamente 220 micra, a tercaira área está situada acima do referencial do lado direito apresentando uma série de troncos de pirámide, a quarta, finalmente é o quadrante em diagonal com o primeiro, mostrando uma fileira de cristais primarios que se inicia em uma cruz de malta" e termine mais ou menos na parte central da área em foco. A fotomontagem mostra a orientação preferencial das fibras eutéticas na direção de laminação. Os aspectos morfológicos que aperecem são essencialmente característicos de todas as amostras examinadas.

A figura 13 mostra a fase primária tomada como referencial a uma inclinação de 26°C em releção à figura 12 com maior aumento

Note se que após este inclinação a fase primária aparece perfeitamente quadrade com arestas de cerca de 112 micra

A figura 14 mostre outra fase primária escolhida arbitrariamente em outra região da amostra As figuras 15 e 16 mostram alguns detalhes da figure 14. A fase primária, que apareca quebrada está na figura 15. A figura 16 mostra a colônia eutética fraturada que aparece no canto direito inferior da figura 14. As fibras desta colônia sofrem uma variação de orientação de cerca de 180°. Note se que elas aparecem quebradas em toda a colônia e não apenas nas regiões onde a orientação das fibras é sensivelmente perpendicular e direção de faminação

O segundo ataque diferencial consistiu em submeter a amostra a um banho de soda cáustica difuída à temperatura de ebulição durante 5 segundos, atacendo a depois com ácido nítrico difuído a temperatura ambiente durante 10 segundos. As diferenças entre as micrografias praticamente não existem havendo apenas um pouco mais de nitidez. A figura 17 mostra o quadrante que contém o referencial. A figura 18 apresenta um par estareoscópico da colônia eutética que aperece no segundo quadrante da figura 12 as fibras têm um comprimento médio de carca de 35 micra. A figura 19 é outro par estareoscópico da cruz de malta que aparece na figura 12 as diagonais da cruz medem cerca da 75 micra e as arestas do quadrado envolvente cerca de 50 micra à direita da cruz de malta acima, aparece outra fase primária (parcialmente) que é o início da grande fileira de cristais primérios descrita na figura 12.

As figuras 20 21 e 22 mostram alguns aspectos morfológicos após o terceiro ataque que foi exatamente igual so segundo. A figura 20 á uma fotomontagem da mesma área inferior da figura 12 A figura 21 apresenta uma fase primaria em forma de cubo enquanto a figura 22 apresenta uma fase primária ideomorfa

As figuras 23 e 24 apresentam o resultado do 4º ataque que foi efetuado mais profundamente. O material foi atacado em soda cáustica diluída durante 30 segundos à temperatura de ebulição e em ácido nítrico diluído durante o mesmo tempo a temperatura ambiente. As fases primárias estão bastante evidenciadas. A figura 24 mostra um par estereoscópico do quadrante superior direito da figura 12

As figuras 25 a 26 apresentam um autético crescido unidiracionalmente após ataque em soda cáustica à temperatura de ebulição durante 40 segundos e am ácido nítrico diluído a temperatura ambiente durante 20 segundos, sendo mostradas as seções transversal e longitudinal. A figura 27 mostra um par estereoscópico de uma seção longitudina!

#### 3 3 2 — Fratografies

A figura 29 mostra fratografias típicas dos corpos de prova ensalados em tração a 500°C. As fraturas se apresentam duteis e a figura 29 (a) apresenta algumas onde houva, provavalmente,

4

escorregamento dos contornos de grão entre a matriz e as feses primárias. As crateras que aparecem na figure 28 (b) são típicas de fraturas dúteis e altas temperatures. As figuras 28 (c) e (d) mostrem aspectos da região que sofreu fratura apenas no último estágio do ensaio de tração lo que será explicado depois com base na figura 30

A figure 29 apresenta fratografias de mesma amostra após ataque de 30 segundos em soda cáustica à temperatura de ebulição e em ácido nítrico à temperatura ambiente durante 20 segundos mostrando cubos com arestas que variam de cerca de 100 a 40 micra

#### 4 – DISCUSSÃO

A microscopia ótica comprovou, fundamentalmente os tipos de microestruturas obtidas por resfriamento rápido em lingoteiras de ferro fundido<sup>(6,1)</sup> As diferenças entre as seções transversais e longitudineis são devidas à laminação a quente como pode ser observado nas figuras 2 e 3 A distribuição das fases primárias, no entretanto apresenta-se aleatória embora uma certa distribuição preferencial possa ser observada<sup>(6,2)</sup> (fileiras de cristais primários) o que pode ser indicativo de alguma egregação Nas figuras 2 (a) e (b) as fases primárias apresentames abauladas o que está de acordo com observações anteriores<sup>(6,2)</sup> a explicação para esta arredondamento das bordes está no polimento medânico das amostres entes do polimento eletrolítico. As colônias eutáticas aparecem orientadas preferancialmente na direção de laminação como pode ser constatedo nas figuras 2 (b) e 3 (b).

A análise qualitativa por micro-sonda mostrou uma maior concentração de urânio nos cristais primários do que nas células eutéticas, o que ara de se esperar pois a concentração de urânio é maior na fase primária do que no UAI<sub>4</sub> do eutético<sup>(5)</sup> Trabalhos anteriores<sup>(5,6,2)</sup> mostraram que a adição de Si inibe a transformação peritética do UAI<sub>3</sub> para o UAI<sub>4</sub> que ocorre a 750°C além disso devido ao isomorfismo do UAI<sub>3</sub> e do USI<sub>3</sub> a adição do Si forma um composto intermetálico o U(AISI)<sub>3</sub> que tem uma estrutura ordenada do tipo AuCu<sub>3</sub>. A figura 7 mostra a distribuição do Si que embora mais concentrado nos cristais primários também aparece distribuido na matriz ao contrário do que se afirmava anteriormente<sup>(6)</sup>. Isto ara de se esperar pois, embora a solubilidade do Si no Al seja praticamenta nula à temperature ambiente aumenta razosvelmente a altes temperaturas, podendo por esta razão ficar ratido na matriz através da um resfriamento rápido como o obtido em coquilhas de ferro fundido. As observações mostrades nan figuras anteriores foram realizades em amostras retirades de uma seção transversal. A figura 9 mostra a distribuição do Si tanto na fase primária quanto na matriz. A figura 10 mostre a distribuição das fases primárias em uma seção longitudinal, confirmando os resultados obtidos por micrografia ótica: a figura 11 mostre a distribuição do urânio na masma região

As micrografias obtidas na Microscópio Eletrônico de Varredura indicam em primeiro lugar, a efetividade do ataque usado para es ligas de alumínio urânio e em segundo a morfologia das fases primárias e das colônies eutéticas (figura 12 à figura 28) que eram os objetivos desta primeira parte do trabelho

A efetividade do etaque diferencial para as ligas Al U (27%)—Si (3%) pode ser comproveda pela comparação da figura 12 com as figuras 23 e 24, enquanto para uma liga autética sem Si pelas figuras 25 26 e 27 Além disso este ataque revelou se muito util no estudo das fratografias como pode ser observedo na figura 29

As fases primárias aparecem em forma de cubos os quais nes condições de solidificação utilizadas apresentam um comprimento médio de arestas em torno de 90 micra. Estas fases apresentam se quebradas imperfeitas o que pode ser etribuido à alta velocidade de solidificação usada que deve ter impedido o crescimento completo dos cristais. A figura 33 apresenta a fase primária tomada como referencial esta eperece como a fece de um cubo de cerca de 112 micra de aresta após ter sido convanientemente inclinada no microscópio. As fratografias da figura 30 mostram perfeitamente a morfologia cúbica destes fases a figura 30 (d) mostra o início de uma fileira de cristeis cúbicos com crescimento incompleto.

Ao que tudo indical os cristais primários não sofreram deformação durante a lamineção e quente, o que sará comprovedo posteriormente

O autético em geral apresenta-se orientado na direção de laminação mostrando ser constituido por fibras cilíndricas. Pela comparação entre as figuras 18 e 27 que mostram pares estereoscópicos pode-se observar que houve uma modificação na morfologia do eutético. Esta modificação pode ter sido causada tanto pela velocidade de solidificação quanto pela adição de silício na liga

As figuras 12 18, 23 e 24 assim como as figuras 25 26 e 27 parecem indicar que as colônias eutéticas estão interligadas

A figura 16 mostra uma colônia constituida por fibras que sofreram fratura durante o processo de laminação estas devem ter sido causadas pela maior tansão resultante da orientação das fibras em relação à direção de laminação. Nas extremidadas inferior e superior da colônia eutêtica pode-se notar que este orienteção e sensivelmente perpendicular à direção de laminação. Esta por sua vez corresponde à direção vertical no plano do papel. Este acúmulo de tensões cause a fratura de toda a colônia e não apenes nas regiões onde as fibras são normais àquela direção.

As fratografias mostram que a fratura e essencialmente dútil o que pode ser comprovado pela existência de crateras dimples) na figura 28 (b)

As figuras 28 (a) e (d) sugerem a existência de escorregamento nos contornos de grão entre e fase primária indeformável e a matriz de alumínio

A figura 28 (c) apresenta uma redel que eparece na fase matriz e que deve ter sido formada nos ultimos estágios da fratura na região (b) ou (c) da curva tensão deformação a quente destas ligas a que está apresentada na figura 30. Apos certa deformação as regiões da amostra não interligadas pelo eutético fibroso sofrem a fratura o corpo de prova continua interligado por regiões que contam o eutético fibroso. Continuando a deformação outras regiões sofrerão fratura o processo continuará até que se atinja um valor fimite pera o qual a separação das partes inferior e superior do corpo de prova ocorrerá. As fibras da colônia eutética são constituidas por alumínio alfa e por UAI<sub>4</sub>. As fibras de UAI<sub>4</sub> tem uma resistência mecanica muito maior do que as de alumínio e por esta razão não sofrerão fratura no mesmo nível de tensões suficientes para fratura as segundas sendo, pois simplesmente arrancadas da matriz deixando atrás de si a

rede de alumínio. Uma evidencia do mecanismo pode ser vista na parte central da figura 28 (c) onde se observa uma fibra não arrancada e que parece ter sofrido fratura. Uma das exigencias do mecanismo e que o eutático seja interligado, o que parece bastante provável. As redes devem ser formadas por AI e uma prova esta no fato da que ataçando a superfície da fratura como anteriormante, estas deseparecem

#### 6 - CONCLUSÕES

 O abaulamento que apareca nas bordas das fases primárias é causado pelo polimento mecanico anterior ao polimento eletrolítico.

As colônias eutéticas aparecem orientadas preferencialmente na direção de laminação.

O silício se distribui tanto nas fases primárias quanto na matriz (e nas colônias eutéticas).

4) A distribuição das fasas primárias é aleatória podendo haver regiões em que possivelmente devido à segregação existem fileiras interligadas dos cristais primários

5) O ataque diferencial usado mostrou se altamente efetivo para ligas de 13% U (liga eutetica) e de 27% U tanto para a micrografia eletrônica quento para a fratografia. 6) As fases primárias apresentam uma morfologia essencialmente cubica e nas condições de solidificação estudade apresentaram se com uma areste média em torno de 90 micra.

7) As fibras do eutético na liga autetica apresantam se em forma de plaquatas a na liga. Al U (27%) Si (3%) em forma de cilindros

8) A modificação das tibras eutéticas de plaquetas para cilindros pode ser atribuida ou à velocidade de solidificação ou a adição do silício

9) Os pares estereoscópicos e algumas microfotografias sugeram que o eutético é interligado.

10) A fratura das ligas Ai U (27%)-Si (3%) e essencialmente dutili o que está mostrado pelo escorregamento de contornos de grãos e pela formação de crateras nas fratografias

11) As fases primaries não se deformam no ensaio de tração a altes temperaturas

12) O aparecimento da uma rada de aluminio foi explicado em termos da um processo de fraturas parciais durante a deformação sugarindo se um mecanismo cuja exigencia fundamental é que as fibras eutéticas sejam interligadas

#### ABSTRACT

Experimental techniques on eletronic and optical microscopy were conducted on AI (27%) U (3%) S) and AI (13%) U (weight percent) to study the phases morfology and the elements distribution. The euteric elloy was directionally growth and the other was polled from a initial thickness of 25.4 mm to a final thickness of 6 mm.

A selective attack was got to remove the Al from the alloy. A fratographic study was also made, revealing the morfology of the U (Al Si)<sub>3</sub> primary phase. The prosutatic phase UAI<sub>4</sub> was fiber like on the sutatic alloy and rod like on the hipersutatic alloy. On the sutatic directionally growth alloy the prosutatic phase was plate like



Figure 1 — (a) Viste esquematice da placa laminada (b) Nomenciatura usada



Figure 2 - (a) Amostre S4S transversal Aumento 100 X Amplieção 2 X



Figure 2 - (b) Mesma amostra longitudinal Aumento 100 X Ampliação 2 X



Figura 3 - (a) Amostra S31 transversal Aumento 200 X Ampliação 2 X



Figure 3 - (b) Mesma amostra longitudinal Aumento 200 X Ampliação 2 X



Figure 4 - Região escolhida para a análise por micro sonde Micrografia normal Aumento 1000 X



Figure 5 - Distribuição do urânio Aumento 1000 X



Figure 6 - Distribuição do aluminio Aumento 1000 X



Figura 7 - Distribuição do silicio Aumento 1000 X



Figura 8 - Distribuição do uranio mesma região anterior. Aumento: 200 X



Figura 9 - Distribuição do silício mesme região anterior Aumento 200 X



Figura 10 - Micrografia normal, outra regilio Aumanto 200 X



Figura 11 - Distribuição do urânio mesma região da figura 10 Aumento 200 X



Figure 12 — Fotomontagem de uma região da amostra longitudinal S3L, dividida em quatro áreas de estudo. Tomou se como referencial a fase primária que aparece no quadrante inferior direito que aparece como um retângulo com dimensões de 110 X 80 micra aproximadamente Aumento 200 X.



Figura 13 - Fase primaria tomada como referencia observada e uma inclinação de 26º Aumento 500 X



Figura 14 — Outra fasa primária escolhida arbitrariamente mostrando uma colônia autética fraturada no canto direito inferior Aumento 200 X



Figura 15 - Fase primária da figura 14 com maior aumento. Aumento: 500 X



Figure 16 - Colonia eutética fraturada que aparece na figura 14 no canto inferior direito. Aumento 1000 X



Figura 17 — Quadrante da figura 12 que contém a fase primaria de referencia após segundo ataque diferencial Aumento 200 X



Figura 18 — Par estereoscópico da colônia eutética em forma de pluma Ángulo de inclinação 7° Aumento 1000 X A direção de laminação é vertical





Figura 19 - Par estereoscópico de uma fase primaria em forma de cruz de malta. Note-se as pequenas crateras de cerca de 9 micra de diâmetro. Ângulo de inclinação. B° Aumento. 1000 X



Figure 20 - Fotomontegem da área inferior da figura 12 após 3º ataque diferencial Aumento 200 X.



Figura 21 — Micrografia de uma fase primária que parece ter crescido sem defeitos após 3º staque Aumento 1000 X,



Figura 22 — Outra fasa primária que teva seu crescimento interrompido imperfeito após 3º ataque Aumento 1000 X



Figura 23 — Fotomontagem da região inferior da micrografia de figura 12 após 4º ataque diferencial Note se que no lado direito acima do referencial aparecem algumas fases primárias que não apareciam nas fotomontagens anteriores enquanto que a colônia eutética em forma de pluma quase que desapareceu por completo. Aumento: 200 X



Figura 24 — Par estereoscópico da região superior direita de figura 12 Note se que os troncos de pirâmida aparecem como uma sárie de cubos interligados. Este micrografia mostra a efetividade do ataque diferencial Aumento 200 X



(a)



(b)

Figura 25 — (a) Eutético crescido unidirecionalmente, seção transversal, atacedo durante 40 segundos na soda cáustica à temperatura de ebulição e neutralizado em acido nítrico diluído à temperatura ambiente durante 30 segundos. Aumento: 500 X, (b) Mesma amostra seção transversal, mostrando fibras tipo plequetas. Aumento: 200 X



Figura 26 – (a) Seção transversal da mesma amostra da figura 25, outra região Aumento 1000 X (b) Seção longitudinal Aumento 500 X



Figure 27 — Par estereoscópico da mesma região da figura 26 (b) Asimento 500 X Ángulo da inclinação 7º



(a)



(b)

Figura 28 — Fratografias típicas dos corpos de prova ensaio dos 500°C mostrando uma superfície de fratura bastante dutil (e) e (b) Estas fotos mostram a grande presençe de crateras (dimples) caracteristicos das fraturas duteis. Aumento: 200 X e 1000 X



Figura 28 — (c) e (d) Estas fretografias mostram uma região que apresenta uma redel provavalmente da matriz (alumfinio) de mesme amostra. Esta região é típica dos lugares de superficie de frature que sofram a fratura em ultimo lugar. Aumento: (c) 1000 X e (d) 200 X



(b)

Figura 29 — Fratografias de uma amostra atacada numa solução de soda cáustica à temperatura de ebulição durante 30 segundos e neutralizada com uma solução de ácido nítrico diluido à temperatura ambiente. Nota se que a fase dútil (a)um(nio) desapareceu deixando apenas os cubos não deformados de fase primária. Aumento 500 X



(c)



(d)

Figure 29 - (c) e (d) - Aumento 500 X



#### **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- 1 AMBROZIO FILHO E Microestruturas de solidificação de ligas alumínio-urânio São Paulo 1973 (Dissertação de mestrado)
- 2 BOUCHER R Étude des allieges AFU application a la transformation a l'estat solide UAI<sub>3</sub> → UAI<sub>4</sub> J nucl Mater Amsterdam <u>1</u> 13-27 1958
- 3 CAMBRIDGE SCIENTIFIC INSTRUMENTS LTD Cambs Stereoscan electronic microscope catalogs. s n t (TL 1048 OM 96113 TL 1070 TM 96118 TL 1070 OM 96118 TL 1048-TM 96113/8) [Catálogos comerciais]
- 4 CAPOCCHI J D T et alı) Estudo de fabricação de combustíveis planos com nucleos de cermets de 65% U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> - 35% Al revestidos com liga de alumínio São Paulo Instituto de Energia Atomica dez 1968 (IEA 178)
- 5 CINTRA S H L et al. Desenvolvimento de pleces combustiveis contendo nucleo de liges AI – U (20%) e AI – U (20%) – Si (0.8%) São Paulo Instituto de Energia Atomica nov 1968 (IEA 173)
- 6 GENTILE E F Metalografia de ligas alumínio urânio São Paulo (Instituto de Energia Atomica juni 1968 (IEA 164)
- 7 HAYDT H M & CINTRA S H L. Note preliminer sobre a fabricação de elementos combustíveis com nucleos de liga Al – U – Si São Paulo (Instituto de Energia Atômica fev 1968 (IEA 156))
- 8 (ERVOLINO JR & CINTRA SHL influência de ligas Al Mg na obtenção de elementos combustívais com nucleo de liga Al – U – Si São Paulo Instituto de Energia Atomica maio 1971 (IEA 237)
- 9 SOUZA SANTOS T D Tratamento piro metalurgico de elementos combustíveis planos U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> - alumínio São Paulo, Instituto de Energia Atômica nov 1969 (IEA 193)
- 10 THURBER W.C. & BEAVER R.J. Development of silicon modified 48Wt % U Al alloys for aluminum plate type fuel elements. Oak Ridge Oak Ridge National Lab. Mar 1959 (ORNL - 2602)