

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
SECRETARIA DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

COMPORTAMENTO MECÂNICO DE CERMETS  $U_3O_8$  - Al

Anacleto Martim de Figueredo

Dissertação apresentada ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares como parte dos requisitos para obtenção do Grau de "Mestre na Área de Concentração em Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear"

Orientador: Dr. Paulo Iris Ferreira

SÃO PAULO

1982

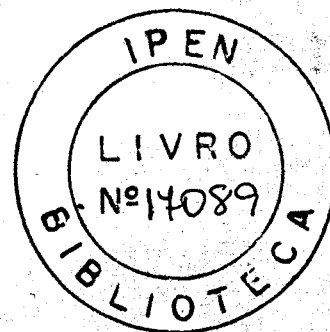
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
SECRETARIA DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

COMPORTAMENTO MECÂNICO DE CERMETS  $U_3O_8$  - Al

Anacleto Martim de Figueredo

Dissertação apresentada ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares como parte dos requisitos para obtenção do Grau de "Mestre na Área de Concentração em Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear"

Orientador: Dr. Paulo Iris Ferreira



SÃO PAULO  
1982

## AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Paulo Iris Ferreira, pela orientação recebida.

Ao Dr. Clauer Trench de Freitas pelo apoio concedido à execução do presente trabalho e pelas facilidades oferecidas.

À amiga Luzinete P. Barbosa pelo incansável apoio durante toda a execução do trabalho, pela preparação das micrografias de varredura, pela impressão das fotografias e pelos ensinamentos recebidos.

Ao Dr. Reginaldo Muccillo pelo auxílio sempre oportuno.

Ao Eng<sup>o</sup> Ney Freitas de Quadros por sugestões e pelo auxílio no uso de programas de regressão.

À Florinda Vieira, pelo trabalho metalográfico e execução de fotografias.

À Celso Vieira de Moraes pela eficiente colaboração na preparação de amostras.

À Hideo Hichise, pelo auxílio recebido no início deste trabalho.

À Takehiko Michibe, pela ajuda inicial no forjamento rotativo de amostras.

Ao Sr. Rubens Cima Pezzo, responsável pela Oficina Mecânica, pela valiosa colaboração.

À José Cassiano Rocha pela execução de radiografias.

À Aldenice A. Batista e Marlene F. Marcelino, pela constante colaboração.

Aos amigos e companheiros de sala Ana Lúcia E. Godoy, Michelangelo Durazzo e Rejane A. Nogueira pelo estímulo e pela paciência demonstrada.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Ao Programa de Recursos Humanos para o Setor Nuclear (PRONUCLEAR) pelo apoio financeiro durante três semestres.

Ao Dr. Hernani Augusto Lopes de Amorim ex-Superintendente e ao Dr. Durvaldo Gonçalves, atual Superintendente do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, pela oportunidade de pesquisa e pelas facilidades oferecidas.

# COMPORTAMENTO MECÂNICO DE CERMETS $U_3O_8$ -Al

ANACLETO MARTIM DE FIGUEREDO

## RESUMO

Foram fabricados cermets  $U_3O_8$ -Al com concentrações de  $U_3O_8$  variando de 0 a 80% em peso (0 a 53,8% em volume), através do forjamento rotativo a 773K de compactados obtidos por técnica convencionais de metalurgia do pó. Foram utilizados dois procedimentos diferentes para a preparação do pó de  $U_3O_8$ , na tentativa de melhor compreender os efeitos da morfologia e da densidade do pó no produto final. Os aspectos relevantes de cada uma das várias etapas de fabricação são discutidos em detalhe.

Corpos de prova cilíndricos, preparados a partir dos cermets fabricados foram submetidos a ensaios de tração nas temperaturas 298, 473, 573 e 673K, sob velocidade constante de deformação igual a  $4,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . O comportamento do limite de escoamento ( $\sigma_y$ ), do limite de resistência ( $\sigma_R$ ) e do alongamento até a ruptura ( $\epsilon_R$ ) dos cermets  $U_3O_8$ -Al foi analisado em relação ao conteúdo de  $U_3O_8$  e à temperatura. Os resultados obtidos mostram que  $\sigma_y$  e  $\sigma_R$  podem ser descritos pelas equações:

$$\sigma_y = \sigma_y^0 (T) \exp (-K_y f)$$

e

$$\sigma_R = \sigma_R^0 (T) \exp (-K_R f)$$

onde  $\sigma_y^0 (T)$  e  $\sigma_R^0 (T)$  correspondem ao limite de escoamento (0,2% de deformação) e ao limite de resistência da matriz de alumínio na temperatura T, respectivamente; f é a soma das fração volumétrica de  $U_3O_8$  com a fração volumétrica de vazios (porosidade);  $K_y$  e  $K_R$  são constantes.

Os resultados obtidos são discutidos em termos das teorias existentes, mostrando-se que as variações de  $\sigma_y$  e  $\sigma_R$  com a concentração de  $U_3O_8$  podem ser explicadas pela variação da área da matriz de alumínio numa seção transversal do cermet.

Verificou-se, tomando-se diversas tensões de escoamento, que  $K_y$  praticamente não depende da deformação e da temperatura. Já  $K_R$  mostra um decréscimo linear com a temperatura. Com o aumento da temperatura  $K_y$  e  $K_R$  tendem a um mesmo valor.

O alongamento até a ruptura ( $\epsilon_R$ ) aparentemente decresce exponencialmente com o aumento da concentração de  $U_3O_8$ , porém, segundo duas regiões distintas. Na primeira, até cerca de 25% em volume, não se observa influência da temperatura. Na segunda, acima de 25% em volume, observa-se um decréscimo na taxa de variação de  $\epsilon_R$  com  $f$  e um aumento de  $\epsilon_R$  com a elevação da temperatura, para uma dada composição. Esses resultados são discutidos principalmente em função do arranjo de partículas de  $U_3O_8$  na matriz.

# MECHANICAL BEHAVIOR OF $U_3O_8$ -Al CERMETS

ANACLETO MARTIM DE FIGUEREDO

## ABSTRACT

$U_3O_8$ -Al cermets with  $U_3O_8$  concentration ranging from zero to 80 w/o (zero to 53,8v/o) were fabricated using conventional powder metallurgy techniques together with rotary swaging at 773K. Two different procedures were used for the initial preparation of the  $U_3O_8$  powder, trying to better understand the effects of the powder morphology and density on the final product. The relevant aspects of the various fabrication steps are discussed in detail.

Cylindrical specimens, prepared from the cermets fabricated, were tensile tested at 298, 473, 573 and 673K at a constant strain rate of  $4,3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . The behavior of the yield stress ( $\sigma_y$ ), tensile strength ( $\sigma_R$ ) and elongation to fracture ( $\epsilon_R$ ) of the tested specimens were analysed with respect to the  $U_3O_8$  content and the test temperature. The results obtained showed that  $\sigma_y$  and  $\sigma_R$  can be described by the following equations:

$$\sigma_y = \sigma_y^0(T) \exp(-K_y f)$$

and

$$\sigma_R = \sigma_R^0(T) \exp(-K_R f)$$

where  $\sigma_y^0(T)$  and  $\sigma_R^0(T)$  are the yield stress (0,2% off set) and tensile strength of the aluminium matrix at temperature T respectively; f is the volume fraction of  $U_3O_8$  plus the volume fraction of voids (porosity);  $K_y$  and  $K_R$  are constants.

The results above are discussed in terms of current theories and it is shown that the variation of  $\sigma_y$  and  $\sigma_R$  with the  $U_3O_8$  content can be explained by the corresponding variation of the aluminium matrix cross sectional area.

It is observed, taking into consideration other flow stresses than the 0,2% off set, that  $K_y$  does not depend on temperature and deformation, but  $K_R$  shows a linear decrease with temperature. Also, the values of  $K_y$  and  $K_R$  tend to merge as the temperature is increased.

The elongation to fracture ( $\epsilon_R$ ) apparently decreases exponentially with the increase in  $U_3O_8$  concentration according to two distinct regions. In the first one, up to  $f \approx 0.25$ , the influence of temperature is practically negligible. In the second one, above  $f \approx 0.25$ , the rate of variation of  $\epsilon_R$  with  $f$  decreases and  $\epsilon_R$  increases with the increase in temperature, for a given cermet composition. These results are analysed with respect to the arrangement of  $U_3O_8$  particles in the aluminium matrix.

# ÍNDICE

	PÁGINA
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	01
I.1 - Cermets: Definições.....	01
I.2 - Cermets Nucleares.....	01
I.2.1 - Materiais para Cermets Nuclea <u>res</u> .....	02
I.3 - Cermets $U_3O_8$ -Al.....	05
I.3.1 - Desempenho dos Cermets $U_3O_8$ -Al sob Irradiação.....	05
I.3.2 - Considerações sobre o Emprego de Urânio de Baixo Enriqueci <u>mento</u> em Cermets $U_3O_8$ -Al.....	06
I.3.2.1 - Condutividade Térmica dos Cermets $U_3O_8$ -Al.....	08
I.3.2.2 - Compatibilidade en <u>tre</u> as Fases (Rea <u>ções</u> Termitas em Cermets $U_3O_8$ -Al)....	09
I.4 - Propriedades Mecânicas de Cermets....	12
I.5 - Objetivos do Trabalho.....	18
CAPÍTULO II - MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS.....	20
II.1 - Fabricação de Cermets $U_3O_8$ -Al pela Téc <u>nica</u> de Metalurgia do Pó.....	20
II.2 - Descrição do Procedimento Utilizado para a Fabricação dos Cermets $U_3O_8$ -Al..	20
II.2.1 - Obtenção do Pó de Alumínio.	22

II.2.1.1 - Fatores a <u>Consi</u> derar.....	22
II.2.1.2 - Preparação.....	22
II.2.2 - Obtenção do Pó de $U_3O_8$ .....	24
II.2.2.1 - Fatores a <u>Consi</u> derar.....	24
II.2.2.2 - Preparação dos Pós de $U_3O_8$ .....	24
II.2.3 - Mistura dos Pós de $U_3O_8$ e Al	27
II.2.3.1 - Fatores a <u>Consi</u> derar.....	27
II.2.3.2 - Preparação de Mis turas $U_3O_8$ -Al...	28
II.2.4 - Compactação à Temperatura <u>Am</u> biente.....	30
II.2.4.1 - Fatores a <u>Consi</u> derar.....	30
II.2.4.2 - Compressibilidade das Misturas $U_3O_8$ - Al.....	31
II.2.4.3 - Compactação.....	33
II.2.5 - Montagem e Forjamento <u>Rota</u> tivo dos Compactados.....	36
II.2.5.1 - Preparação e <u>Mon</u> tagem dos <u>Compac</u> tados.....	36
II.2.5.2 - Forjamento <u>Rota</u> tivo.....	37
II.2.6 - Caracterização dos Cermets Fabricados.....	38
II.2.6.1 - Radiografias....	38

II.2.6.2 - Medidas de Densidade. Determinação das Frações Volumétricas de $U_3O_8$ e da Porosidade dos Cermets $U_3O_8$ -Al.....	39
II.2.6.3 - Homogeneidade da Dispersão $U_3O_8$ -Al.	39
II.2.6.4 - Preparação de Corpos de Prova para Ensaios de Tração.....	44
II.2.7 - Ensaios de Tração.....	45
II.2.8 - Correções Efetuadas nos Valores de Deformação.....	45
CAPÍTULO III - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	48
III.1 - Curvas Tensão-Deformação.....	48
III.2 - Influência da Composição e da Temperatura nos Limites de Escoamento ( $\sigma_y$ ) e de Resistência ( $\sigma_R$ ) dos Cermets $U_3O_8$ -Al.....	48
III.2.1 - Relações entre o Limite de Escoamento e as Quantidades Relativas das Fases dos Cermets $U_3O_8$ -Al.....	51
III.3 - Influência da Concentração de $U_3O_8$ , Porosidade e Temperatura no Alongamento até a Ruptura dos Cermets $U_3O_8$ -Al.....	65
CAPÍTULO IV - CONCLUSÕES.....	70

	PÁGINA
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	73
APÊNDICE.....	74
BIBLIOGRAFIA.....	76

## CAPÍTULO I

### INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

#### I.1 CERMETS: DEFINIÇÕES

Um cermet é "uma combinação heterogênea de metais ou ligas com pelo menos uma fase cerâmica", segundo uma das primeiras definições proposta pela ASTM<sup>1</sup>. Essa definição, que não fazia alusão às concentrações das fases metálica e cerâmica, foi modificada posteriormente, restringindo a concentração da fase cerâmica à uma faixa compreendida entre 15 e 85% em volume, permitindo, ainda, uma ligeira intersolubilidade das fases na temperatura de fabricação.

Petzow et al<sup>2</sup>, considerando as dificuldades iminentes à avaliação de "uma ligeira intersolubilidade" e a rígida limitação de concentrações imposta pela definição acima, sugeriram que "qualquer mistura cerâmica-metal manufaturada por metalurgia do pó é um cermet, desde que os componentes metálico e cerâmico tornem-se diretamente efetivos". De acordo com essa definição, não são cermets as combinações metal-cerâmica cujas modificações nas propriedades são produzidas indiretamente pela influência de uma fase sobre a outra. Exemplos desses materiais são os metais endurecidos por dispersão de inclusões cerâmicas com a finalidade de inibir o movimento de discordâncias ou os metais onde as partículas cerâmicas são adicionadas com a finalidade de suprimir o crescimento de grão e materiais cerâmicos com inclusões metálicas também destinadas a inibir o crescimento do grão.

Uma definição mais ampla para o termo cermet foi proposta por Ondracek e Splichal<sup>3</sup>. Segundo esses autores, "cermets são 'combinações' de materiais, compostas de pelo menos uma fase cuja ligação dominante é metálica (não localizada) e outra fase cuja ligação é predominantemente não metálica (localizada), sendo esta fase composta de elementos metálicos e não metálicos".

#### I.2 CERMETS NUCLEARES

Um combustível nuclear na forma de cermet pode ser sumaria

mente descrito como uma dispersão uniforme de partículas cerâmicas (normalmente de um óxido do metal físsil) numa matriz contínua de um metal não físsil. Nessa conjugação de materiais, as características frágeis e não plásticas das partículas cerâmicas são compensadas pela presença de um meio metálico contínuo que as isola umas das outras e faz com que a estrutura assim formada adquira condutividade térmica adequada, resistência ao choque térmico e, ainda, parte de sua plasticidade, permitindo ser trabalhada por técnicas comuns aos metais, como a laminação, a extrusão e outras<sup>6(5)</sup>.

A utilização de combustíveis nucleares na forma de cermets é devida principalmente ao grande potencial que esses materiais apresentam para suportar os danos de irradiação provenientes de altas taxas e densidades de fissão, sem perda da estabilidade geométrica no ambiente do reator<sup>4</sup>.

A estabilidade à irradiação apresentada por esse tipo de combustível decorre principalmente do fato dos produtos de fissão se acumularem no interior ou nas vizinhanças das partículas dispersas. O isolamento dos produtos de fissão, a continuidade, a impermeabilidade e a resistência mecânica da matriz são fatores que se somam para prevenir os danos ao núcleo do elemento combustível como um todo<sup>4</sup>.

É necessário, porém, que sejam considerados os danos que os fragmentos de fissão irão causar à matriz, isto é, a formação de zonas danificadas por fragmentos de fissão ao redor das partículas combustíveis. Uma condição essencial para que as propriedades da matriz sejam preservadas ao máximo, é que a fração não danificada da matriz seja contínua.

A espessura média das zonas danificadas depende do material da matriz (cerca de 13  $\mu\text{m}$  para o alumínio<sup>6</sup>). A distância média entre as partículas dispersas depende somente do diâmetro destas, para uma determinada fração volumétrica. Logo, para evitar a superposição ou o contato das zonas danificadas pelos fragmentos de fissão, deve-se estabelecer um compromisso entre o diâmetro das partículas e a espessura média da zona danificada ao redor de cada partícula<sup>6,7</sup>.

### 1.2.1 MATERIAIS PARA CERMETS NUCLEARES

Como um cermet nuclear é um material composto pela conjugação de pelo menos dois materiais com propriedades distintas

e com diferentes funções a desempenhar no elemento combustível, é necessário que esses materiais possuam certas características, próprias ao desempenho de suas funções. Além dessas características, esses materiais devem ser compatíveis, isto é, não deve haver reações químicas ou metalúrgicas entre eles, quando postos em contacto.

Essa compatibilidade entre os materiais deve estar assegurada nas temperaturas máximas de fabricação, bem como nas de irradiação. As interações promovidas pela irradiação também devem ser consideradas, uma vez que estabelecem os limites de quem para um determinado tipo de combustível.

Materiais incompatíveis em temperaturas acima das temperaturas máximas de fabricação e de trabalho, podem, todavia, ser utilizados na fabricação de elementos combustíveis. Nesses casos, deve-se garantir que, durante a operação normal do reator, essas temperaturas não sejam atingidas e que, caso isso ocorra acidentalmente, que o acidente não seja agravado pelas interações que se sucederão<sup>6</sup>.

Em dispersões utilizadas como combustíveis nucleares, o material constituinte da fase dispersa e o material da matriz devem apresentar certas características que tornem possível seu emprego como tal. Segundo Samoilov<sup>6</sup>, as características principais a serem satisfeitas pelo material da fase dispersa são:

- alta concentração do isótopo físsil, para que seja minimizado o volume do elemento combustível, de modo a ser obtida uma irradiação mais estável e homogênea;

- estabilidade sob irradiação (ausência de transformações que impliquem em mudanças de volume);

- capacidade de retenção de produtos de fissão no interior de seu volume, não mudando de composição durante o período de irradiação;

- alta resistência ao desgaste e à corrosão pelo arrefecedor, de modo a minimizar as contaminações no circuito primário de refrigeração, uma vez que, dada a pequena espessura do revestimento dos elementos combustíveis utilizados em reatores de pesquisa, não se deve excluir a possibilidade de contacto direto de algumas partículas do material físsil com o arrefecedor;

- alta resistência à fragmentação, para evitar que durante o processo de fabricação do elemento combustível ocorra

fragmentação intensiva de partículas. Dependendo do processo empregado na fabricação, essa fragmentação provoca a aglomeração das partículas que ficam dispostas em formações alongadas, conferindo anisotropia à estrutura da "dispersão" e, por conseguinte, efeitos deletérios à sua estabilidade sob irradiação. Deve-se notar que a resistência à fragmentação depende da porosidade e das características morfológicas e superficiais das partículas do material físsil. Como a porosidade contribui para reter no material físsil os produtos de fissão, minimizando seu empolamento<sup>9</sup>, deve ser estabelecido um compromisso entre a porosidade, a resistência à fragmentação e a condutividade térmica do material físsil, também afetada pelo volume de vazios.

O material da matriz, por sua vez, deve possuir propriedades mecânicas adequadas, isto é, valores satisfatórios para os limites de escoamentos e de ruptura, além de ser dúctil o suficiente para atender às solicitações mecânicas impostas ao elemento combustível por fatores intrínsecos e extrínsecos a ele. Os primeiros são, principalmente, as tensões térmicas associadas aos gradientes de temperatura, as tensões provenientes de alterações de fases, de mudanças no volume do material físsil sob irradiação devido ao acúmulo de produtos de fissão e as tensões provocadas pelas diferenças nas taxas de expansão térmica dos materiais que constituem o elemento combustível. Os fatores extrínsecos são provenientes de vibrações originárias das flutuações no fluxo do arrefecedor, de distorções nos componentes do núcleo do reator e da pressão do próprio arrefecedor.

Deve-se observar que a maioria das características necessárias ao bom desempenho do combustível sob irradiação também é necessária à obtenção de cermet com boas propriedades mecânicas. Se o material físsil não tiver alta concentração do isótopo físsil, necessitar-se-á de maiores frações volumétricas da fase dispersa, com evidentes prejuízos às propriedades mecânicas, além dos problemas que advirão durante a fabricação. Partículas de material físsil com insuficiente resistência à fragmentação, como visto, provocam heterogeneidade e direcionalidade na distribuição da fase físsil, também com prejuízos às propriedades mecânicas. Dessa forma, num cermet com propriedades mecânicas satisfatórias em todas as direções, grande parte desses requisitos certamente está satisfeita. Por essas razões, Cope<sup>4</sup> sugere que a capacidade de um cermet nuclear resistir aos danos de irradiação está relacionada à resistência mecânica do mesmo cermet não irradiado.

### I.3 CERMETS $U_3O_8$ - Al

Dentre os materiais utilizados ou potencialmente utilizáveis em combustíveis para reatores de pesquisa, destacam-se os cermetes  $U_3O_8$  - Al. A dispersão de  $U_3O_8$  em alumínio constitui um material potencialmente capaz de atender às exigências que devem ser satisfeitas pelas dispersões usadas como combustíveis nucleares, descritas em I.2.1. Contudo, exceção deve ser feita à compatibilidade entre o  $U_3O_8$  e Al, devido à uma reação exotérmica que ocorre entre esses materiais em temperaturas elevadas. Essa reação poderia se constituir numa agravante em casos de acidente ("melt-down"). Conforme será visto adiante, estudos recentes mostraram que tal reação não impede o uso da dispersão  $U_3O_8$  - Al em combustíveis com altas concentrações de  $U_3O_8$ .

#### I.3.1 DESEMPENHO DOS CERMETS $U_3O_8$ - Al SOB IRRADIAÇÃO

O bom desempenho dos cermetes  $U_3O_8$  - Al sob irradiação ficou demonstrado pela sua utilização no reator HFIR. Segundo Binford e Knight<sup>11</sup>, até 1977, 148 cargas haviam sido consumidas nesse reator. Essas cargas continham um total de 25303 placas com núcleo de cermet a 30,2% em peso de  $U_3O_8$  e 54612 placas a 40,1% em peso de  $U_3O_8$ , tendo suportado satisfatoriamente ambientes térmico e hidraulicamente muito mais severos que os encontrados na maioria dos reatores de pesquisa. Desde o início das operações do reator HFIR, em 1965, apenas uma vez foi detectado escape de produtos de fissão. As características relevantes de operação, para o HFIR, são dadas na Tabela 1.

Martin et al<sup>9</sup>, por meio de ensaios de irradiação em dispersões  $U_3O_8$  - Al, nos quais foram utilizados combustíveis tipo placa em miniatura, concluíram que essas dispersões apresentam desempenho bastante satisfatório até densidades de fissão da ordem de  $1,5$  a  $2,4 \times 10^{21}$  fissões/cm<sup>3</sup> em temperaturas entre 60 e 120 °C. Para temperaturas até 200 °C também foi observado desempenho satisfatório, porém, para menores densidades de fissão.

	MÉDIA	MÁXIMO
Nível de Potência (MW)	100	-
Densidade de Potência (MW/L)	1,92	4,26
Fluxo de Calor ( $W/cm^2$ )	243	630
Temperatura do Combustível ( $^{\circ}C$ )	114	330
Densidade de Fissão* (Fissões/ $cm^3$ )	$5,3 \times 10^{20}$	$1,9 \times 10^{21}$
Espessura da Placa (mm)	1,27	-
Espessura do Núcleo de Cermet (mm)	0,762	-
Espessura do Canal de Refrigeração (mm)	1,27	-
Pressão de Admissão (Arrefecedor) (MPa)	4,5	-
Perda de Carga no Núcleo (MPa)	0,5	-
Velocidade do Arrefecedor (m/s)	12,8	-

\* Baseada num ciclo de operação de 2300 MWd.

TABELA 1 - Características de Operação de um Reator HFIR. De Binford e Knight<sup>11</sup>.

### 1.3.2 CONSIDERAÇÕES SOBRE O EMPREGO DE URÂNIO DE BAIXO ENRIQUECIMENTO EM CERMETS $U_3O_8 - Al$ .

Devido à crescente preocupação com os riscos de proliferação nuclear, sérias restrições foram postas (pelos fornecedores) à comercialização de urânio altamente enriquecido (acima de 90% em  $^{235}U$ )<sup>10</sup>. Em vista disso, vários laboratórios contam atualmente com programas em andamento, objetivando reduzir os riscos de proliferação, através do desenvolvimento de meios técnicos que permitam a conversão dos reatores que utilizam combustível com urânio de alto enriquecimento para o uso de urânio de baixo enriquecimento (20%  $^{235}U$ )<sup>18, 19, 23</sup>.

Dentre os vários combustíveis candidatos ao uso de urânio de baixo enriquecimento, está o  $U_3O_8 - Al$ . Neste caso, a densidade de urânio no cermet (apêndice), um pouco maior que  $1 g/cm^3$ , quando se emprega urânio de alto enriquecimento, deve ser aumentada para valores iguais ou maiores que  $3,0 g/cm^3$ , de modo a ser possível o uso de urânio a 20%  $^{235}U$ <sup>18, 23</sup>.

Na Figura 1 pode-se comparar a densidade de urânio dos cermets  $U_3O_8 - Al$  com outros tipos de dispersão, de acordo com a fração volumétrica da fase dispersa. Observa-se que os cermets

$U_3O_8$  - Al estão numa faixa intermediária de densidades de urânio, relativamente a outros sistemas apresentando valores maiores do que os correspondentes à dispersão  $UAl_x$ -Al.

Este fato, aliado à boa estabilidade sob irradiação demonstrada para densidades de urânio em torno de  $1 \text{ g/cm}^3$ , torna promissor o emprego de cermetes  $U_3O_8$  - Al com urânio de baixo enriquecimento em elementos combustíveis para reatores tipo MTR. Além disso, as técnicas de fabricação desses cermetes já estão bem estabelecidas, da mesma forma que as técnicas de inspeção, o que minimiza e facilita eventuais alterações.

Obviamente, deseja-se a máxima concentração possível de  $U_3O_8$  nesses cermetes, de modo a se ter a máxima densidade de urânio com o menor volume possível de combustível no núcleo do reator. Os limites de concentração devem então ser estabelecidos a partir da influência que a mesma exerce em propriedades relevantes, tais como: condutividade térmica, compatibilidade entre as fases e propriedades mecânicas.

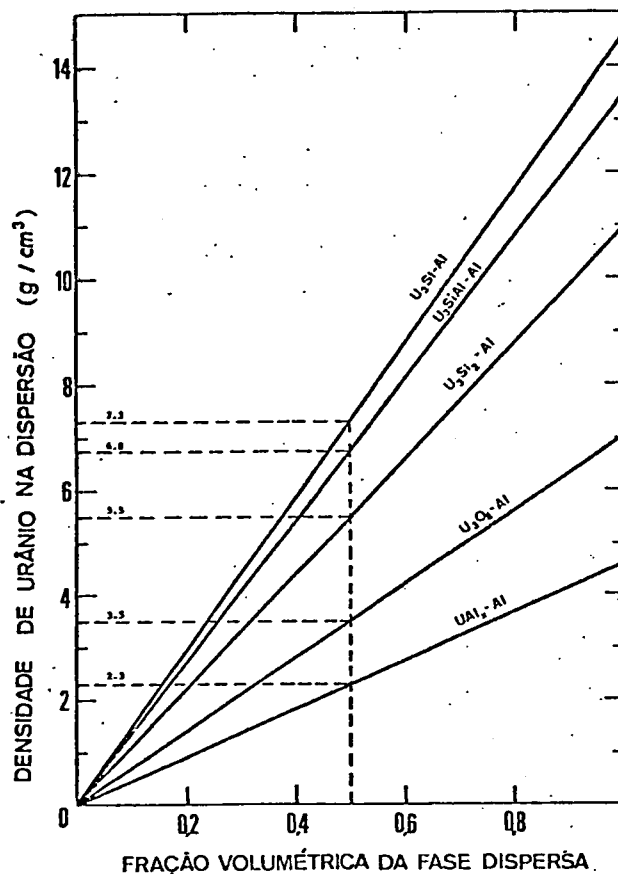


FIGURA 1 - Densidade de urânio versus quantidade da fase dispersa para combustíveis tipo placa (Ref. 14).

Dessas propriedades, a condutividade térmica e a compatibilidade entre as fases, relativamente à concentração de  $U_3O_8$ , serão discutidas a seguir. Quanto às propriedades mecânicas de cermetes  $U_3O_8 - Al$ , não há dados publicados na literatura. No item I.4 será feita uma revisão bibliográfica do comportamento mecânico de cermetes.

### I.3.2.1 CONDUTIVIDADE TÉRMICA DE CERMETS $U_3O_8-Al$

A condutividade térmica é uma propriedade importante para a determinação da temperatura de operação do núcleo do elemento combustível, sendo extremamente dependente da concentração de  $U_3O_8$ .

William e Graves<sup>15</sup> encontraram uma boa relação entre os valores da condutividade térmica dos cermetes  $U_3O_8 - Al$  e a soma da fração volumétrica de  $U_3O_8$  com a porosidade residual. As medidas foram feitas em amostras retiradas de placas com núcleos contendo entre 60 e 82,5% em peso de  $U_3O_8$ . No gráfico da Figura 2 são mostrados os valores obtidos.

A partir dos dados de William e Graves, Copeland et al<sup>12</sup> avaliaram as temperaturas atingidas no centro de elementos combustíveis contendo cermetes na mesma faixa de concentração, concluindo que a condutividade térmica dos cermetes  $U_3O_8-Al$  é adequada para a maioria das aplicações desses combustíveis em reatores de pesquisa.

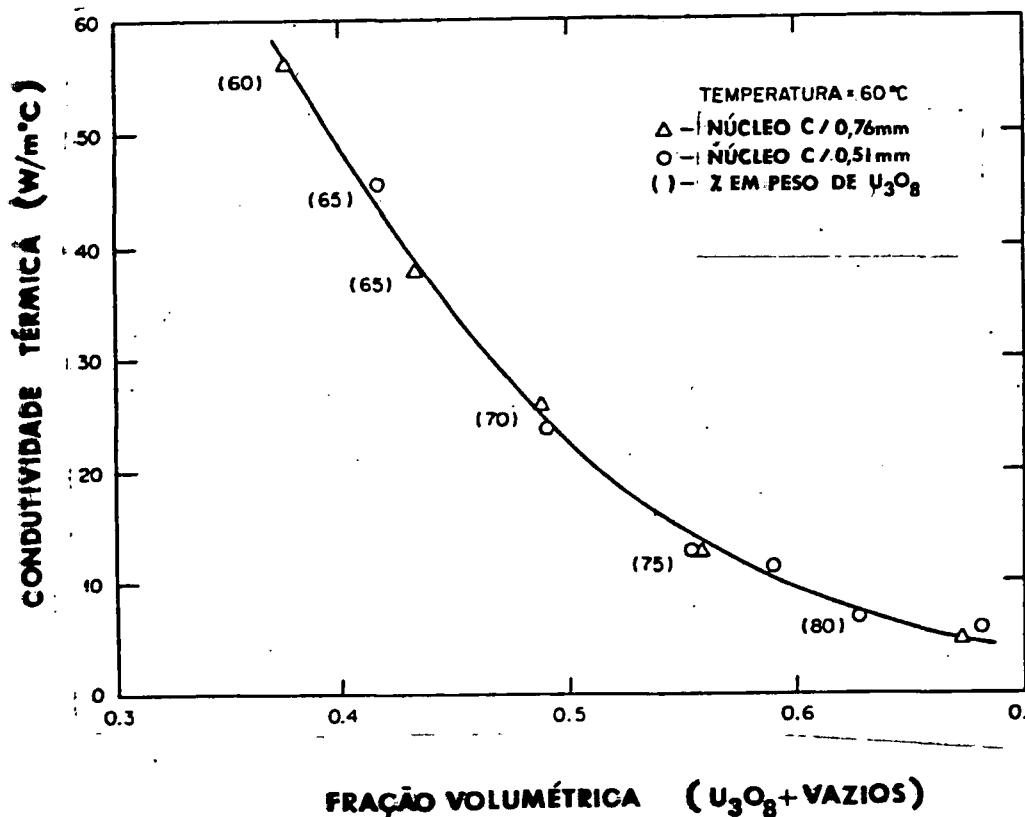
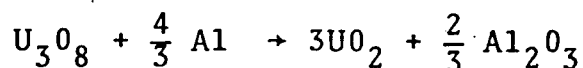


FIGURA 2 - Medidas de condutividade térmica na região do núcleo de cermet U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-Al em combustíveis tipo placa.

### I.3.2.2 COMPATIBILIDADE ENTRE AS FASES (REACÇÕES TERMITAS EM CERMETS U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> - Al).

A conjugação das fases U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> e Al não constitui uma mistura em equilíbrio, ocorrendo entre esses materiais uma reação exotérmica conhecida como reação termita<sup>12, 13, 14</sup>. Os primeiros estudos sobre essa reação foram realizadas por Fleming e Johnson<sup>16</sup>. Através de difração de raios-X, esses autores observaram que a reação se dá em dois estágios:

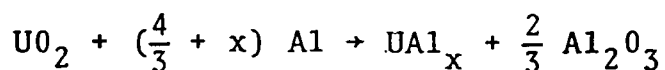
O primeiro estágio é a redução de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> a UO<sub>2</sub>, de acordo com a seguinte reação:



Essa reação foi observada minutos após a mistura ter atingido a temperatura de 649 °C, quase a temperatura de fusão do Al (660 °C). Foi observado também que a velocidade des

sa reação é independente da composição, mas aumenta na medida em que decresce o tamanho das partículas de  $U_3O_8$ .

O segundo estágio da reação é a redução de  $UO_2$  a um ou mais compostos intermetálicos urânio-alumínio:



Esta reação foi observada entre 927 e 982 °C. Como no primeiro estágio, a cinética depende do tamanho de partícula do óxido, sendo mais rápida na medida em que este é diminuído. Ao contrário da primeira reação, esta depende da concentração de  $U_3O_8$ , que é responsável pela determinação da composição dos produtos e da velocidade com que são formados.

Através de análises termo-diferenciais em amostras com 85,4% de  $U_3O_8$ , constatou-se uma diminuição das temperaturas de ignição quando se diminuía o tamanho das partículas do  $U_3O_8$  utilizado. Isso foi atribuído ao melhor contacto entre os reagentes, devido à maior área específica do  $U_3O_8$ .

Quanto ao efeito da composição, Fleming e Johnson observaram que a energia máxima libertada pela reação correspondia à faixa de concentrações situada entre 55 e 70% em peso de  $U_3O_8$ . Em alguns casos, observaram esses autores reações violentas, com a temperatura superficial das amostras atingindo até 2200 °C.

Esses estudos iniciais e o interesse atual na utilização de combustíveis à base de cermetes  $U_3O_8$  com elevadas densidades de urânio, levaram a novas investigações sobre as reações termitas. Pasto et al<sup>17</sup>, empregaram a técnica da análise termo-diferencial para determinar a temperatura do início das reações termitas, bem como as variações de entalpia correspondentes. Misturas de pós e combustíveis tipo placa em miniatura (com 50 a 79% de  $U_3O_8$ ) foram estudadas através de experiências de aquecimento e difração de raios-X. Os resultados mostraram que as misturas  $U_3O_8$  - Al submetem-se à reações exotérmicas entre 600 °C e o ponto de fusão do alumínio. Os estudos por difração de raios-X, contudo, não revelaram a existência de produtos de reação ( $Al_2O_3$ ) em misturas com 50% em peso de  $U_3O_8$ , mesmo quando aquecidas a 725 °C. A técnica de difração utilizada era sensível o suficiente para detectar  $Al_2O_3$  caso mais de que 10% da mistura houvesse reagido, o que impõe o limite do grau da reação nessa temperatura. Através

da análise termo-diferencial, foram observadas exotermas acerca de  $900^{\circ}\text{C}$  (conforme Fleming e Johnson) e entre  $1200$  e  $1250^{\circ}\text{C}$ . Os cálculos das mudanças de entalpia provocadas pelas reações mostraram que os calores de reação representam menos que 10% dos valores obtidos por Fleming e Johnson (55,6 a 85,4 contra  $1090\text{ J/g}$ ). Possíveis explicações, a respeito dessas discrepâncias, devem-se, segundo os autores, a:

1 - O fato da velocidade de reação ser inversamente proporcional ao tamanho das partículas de  $\text{U}_3\text{O}_8$ ;

2 - Fleming e Johnson haverem superestimado os calores de reação;

3 - Parte da energia devida à reação ser liberada nas exotermas por volta de  $1200^{\circ}\text{C}$ ;

4 - A reação ser controlada por difusão (a sequência mais provável da reação sendo a difusão de átomos de alumínio através do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para reagir com o cerne das partículas de  $\text{U}_3\text{O}_8$ ).

Esses autores concluíram que, desde que o calor liberado pela reação termita é relativamente pequeno, seu efeito será negligível comparado a: o calor sensível necessário para levar o alumínio das temperaturas de operação (normalmente menores que  $100^{\circ}\text{C}$ ) até sua temperatura de fusão, o calor latente de fusão do alumínio e o calor sensível necessário para produzir as temperaturas em que a reação se inicia ( $800^{\circ}\text{C}$ ). Contudo, caso o calor de decaimento dos produtos de fissão fosse capaz de levar a temperatura do combustível até o limiar da reação, esta libertaria calor suficiente para aquecê-lo até que ocorra o segundo estágio, acerca de  $1200^{\circ}\text{C}$ . Para testar essa hipótese, combustíveis tipo placa em miniatura foram aquecidos ao ar, em forno de resistência elétrica, observando-se que: o alumínio do revestimento fundiu e despreendeu-se do cermet após atingir  $640^{\circ}\text{C}$ ; o núcleo de cermet, aquecido até  $1400^{\circ}\text{C}$ , permaneceu sólido, apesar de se deformar devido ao peso próprio; não houve efeitos térmicos violentos, explosão ou libertação de gases.

Em vista dessas experiências, Pasto et al concluíram que a reação termita controlada por difusão é muito lenta para contribuir significativamente ao agravamento de um acidente onde haja fusão do combustível, mesmo sendo atingida a temperatura de  $900^{\circ}\text{C}$ , não se constituindo em barreira à utilização de cermets  $\text{U}_3\text{O}_8$  - Al com altas concentrações de  $\text{U}_3\text{O}_8$ :

## I.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERMETS

Balshin<sup>20</sup>, investigando as relações entre as propriedades mecânicas de metais porosos e cermets, propôs que as variações na resistência mecânica desses materiais, provocadas pelas variações na concentração dos vazios (ou da fase cerâmica), podem ser explicadas pelas correspondentes alterações que ocorrem na área onde efetivamente atuam os esforços impostos ao material. Essa proposição, a princípio intuitiva, foi confirmada posteriormente por várias experiências, tanto em materiais metálicos ou cerâmicos porosos<sup>20, 22, 24, 27</sup>, como em cermets<sup>2, 4, 28, 30, 31</sup>.

Dessa forma, o efeito da porosidade e/ou das partículas cerâmicas na resistência mecânica macroscópica de metais sinterizados e cermets, consiste na redução da área da matriz na seção normal à direção da tensão aplicada ao material. Em cermets, onde não haja ligação entre as fases, pode-se, ainda, considerar as partículas cerâmicas como poros, cujas formas são muito pouco alteradas devido à presença de tensões externas.

As propriedades mecânicas de cermets são influenciadas por vários fatores, sendo os principais, as características físico-químicas dos pós do metal e do material cerâmico utilizados na sua fabricação. Essas características, juntamente com as variáveis de processamento, contribuem para determinar a resistência da matriz e a porosidade dos cermets. Por essa razão, grande parte dos estudos experimentais relativos ao comportamento mecânico de cermets concentra-se na determinação de relações que expressem a dependência da resistência mecânica do cermet com a resistência mecânica da matriz, a concentração da fase cerâmica e/ou porosidade.

Baseadas num mesmo princípio - a redução da área de metal pela presença de poros ou partículas de uma segunda fase - várias expressões, baseadas em modelos geométricos ou obtidas empiricamente, vêm sendo propostas na literatura para explicar a variação da resistência à tração de metais porosos e cermets em termos da porosidade e da concentração da fase dispersa, respectivamente.

Para calcular a redução na área de metal devido à presença de poros, Pisarenko<sup>32</sup> assumiu como válidas as seguintes hipóteses:

- a) A variação do número de poros nas seções transversais é aleatória.
- b) A fratura ocorre na seção mais enfraquecida pelos poros.

c) As concentrações de tensão em torno dos poros não alteram a maneira como a fratura ocorre.

Para a determinação da redução na área de metal, Pisarenko determinou o número de poros numa seção transversal e a área ocupada por eles, assumindo ser o material constituído por cubos de aresta  $2r$ , os quais poderiam conter inscritos poros de formas arbitrárias, conforme ilustrado na Figura 3.

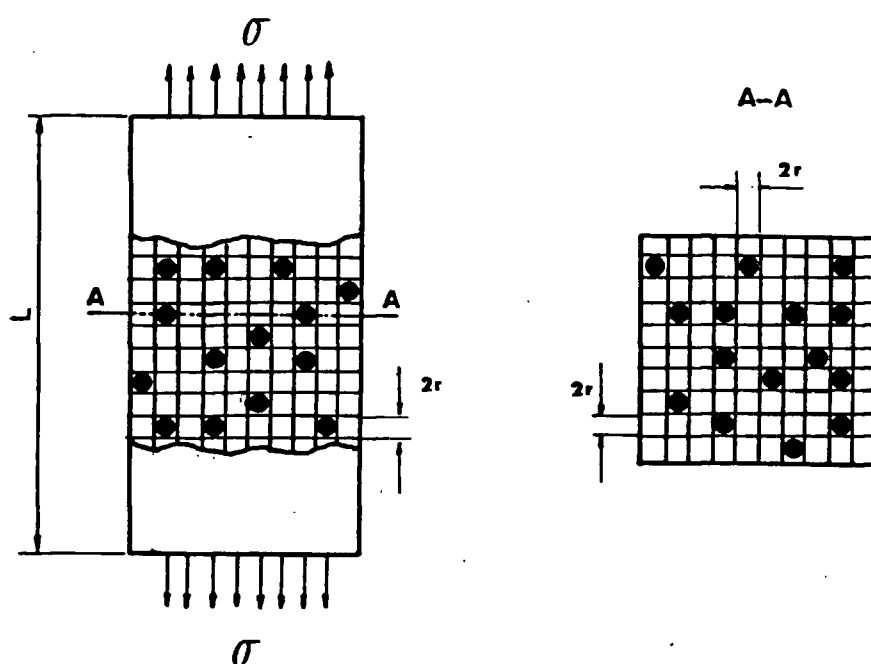


FIGURA 3 - Representação esquemática de uma distribuição não uniforme de poros num metal poroso.

O número de cubos numa camada horizontal é dado por:

$$n = \frac{A}{4r^2} ,$$

onde  $A$  é a área da seção transversal do espécime.

O número de cubos numa coluna vertical é

$$v = \frac{L}{2r} ,$$

onde  $L$  é o comprimento da seção útil do espécime.

O número de cubos contendo poros, numa coluna vertical, é

$$d = \frac{V_v}{V_p} P,$$

onde  $V_v$  é o volume da coluna vertical,  $V_p$  o volume de cada poro e  $P$  é a porosidade do material, suposta igual à porosidade da coluna vertical.

A probabilidade de ser encontrado um poro em qualquer um dos cubos de uma coluna vertical é dada por:

$$p = \frac{d}{U} = \frac{V_v}{V_p} \cdot \frac{P}{U} = \frac{V_c}{V_p} P = gP,$$

onde  $V_c$  é o volume de um cubo de aresta  $2r$  e  $g = \frac{V_c}{V_p}$

A probabilidade de  $m$  poros estarem contidos na seção A-A (Figura 3), que intercepta  $n$  cubos, pode ser representada por uma distribuição binomial, isto é, distribuindo-se  $n$  poros no volume da amostra, dois eventos são possíveis: 1) estar contido na seção A-A com probabilidade constante de ocorrer, igual a  $p$ ; 2) estar contido fora da seção A-A, com probabilidade  $q = 1-p$  de ocorrer. A probabilidade do primeiro evento ocorrer  $m$  vezes é

$$p(m) = C_n^m p^m q^{n-m} = \frac{n!}{m! (n-m)!} p^m q^{n-m}$$

Se, para calcular a redução na área da seção A-A, for considerado o valor  $m$  mais provável de ocorrer, isto é, o número de poros mais frequentemente encontrado numa seção transversal, esse valor corresponderá à média da distribuição em questão. Quanto  $n$  é grande, a média da distribuição binomial,  $m^*$ , é

$$m^* = np$$

Assumindo que a seção mais enfraquecida pela presença de poros contém um número  $m^*$  de poros de forma conhecida, então a fração da área dessa seção ocupada pelas áreas das seções dos poros é

$$a^* = \frac{m^* A_p}{A} = \frac{m^* A_p}{n A_c} = W \frac{m^*}{n}$$

onde  $A_c$  é a área da seção ocupada por um cubo de aresta  $2r$ ,  $A_p$  é a área da máxima seção transversal de um poro inscrito nesse cubo e  $W = \frac{A_p}{A_c}$  é a relação entre essas áreas. Substituindo o valor de  $m^*$ , tem-se

$$a^* = W \frac{np}{n} = Wp = WgP = \mu P,$$

onde  $\mu = Wg$ . Os valores de  $W$  e  $g$  são determinados pela forma dos poros.

Logo, nessa seção, a área que efetivamente suporta o esforço imposto ao material é

$$A' = A(1 - \mu P),$$

Dessa forma, a resistência do material poroso em termos da resistência do mesmo material livre de poros é dada por

$$\sigma = \sigma_0(1 - \mu P) \quad (1)$$

Expressões dessa forma são encontradas na literatura<sup>25</sup>, para o caso de poros esféricos ( $\mu = \frac{3}{2}$ ). Deve-se notar que  $\mu = 1$  corresponde ao caso de poros cúbicos, cilíndricos com eixo orientado segundo a direção da tensão aplicada ou, mais genericamente, a poros de forma arbitrária orientados aleatoriamente e homogeneamente distribuídos. Contudo, expressões como a (1) têm conduzido a valores que não correspondem aos experimentalmente obtidos por serem muito elevados. Além disso, preconizam uma dependência linear entre a resistência à tração e a porosidade, quando na prática, isso não tem sido verificado. Essa discordância é devida, segundo Pisarenko, ao fato de se assumir que a fratura ocorre numa seção onde o número de poros corresponde à porosidade média do espécime, quando, na realidade, a seção mais favorável à fratura é aquela onde o número de poros é máximo, ou seja, onde a área intersticial é mínima.

A dependência da resistência à tração de espécimes porosos, com a área mínima do material sólido numa seção transversal à direção da tensão, foi demonstrada experimentalmente por De Hoff e Gillard<sup>29</sup>. Através de análises quantitativas da superfície de fratura de amostras de cobre sinterizado, executadas em microscópio eletrônico de varredura, esses autores determinaram a área da superfície de fratura, projetada na direção da tensão aplicada ( $A_{min}$ ), verificando que os valores experimentais da resistência à tração do cobre sinterizado, ( $\sigma$ ), à temperatura ambiente, eram bem descritos pela expressão:

$$\sigma = \sigma_0 \frac{A_{min}}{A_0}, \quad (2)$$

onde  $\sigma_0$  corresponde nesse caso à resistência à tração do cobre sinu

terizado até a densidade teórica, obtida pela extrapolação das curvas experimentais. Observaram também os autores, que a mesma expressão poderia ser utilizada para descrever a variação do limite de escoamento com a porosidade, desde que fossem efetuadas correções na projeção da área da superfície de fratura ( $A_{\min}$ ), para levar em conta as consideráveis reduções que nela ocorrem, devido à deformação localizada.

Eudier<sup>24</sup>, determinou a redução máxima na área da seção transversal de um espécime de metal poroso, assumindo poros esféricos, dispostos no material segundo um arranjo cúbico simples. Considerando como mais favorável à fratura a seção transversal que contém a região equatorial dos poros, Eudier obteve para a resistência à tração, a expressão

$$\sigma = \sigma_0 (1 - KP^{2/3}) \quad (3)$$

onde  $K = \pi \left(\frac{3}{4\pi}\right)^{2/3} = 1,209$  é uma constante originária da geometria adotada. A expressão (3) só é válida para  $P < 52,36\%$ , que é o fator de empacotamento cúbico simples. Apesar de se aproximar mais dos dados experimentais do que a expressão (1), caso dos cermets  $UO_2$ -aço inoxidável<sup>4, 31</sup>, a expressão (3) é de aplicação limitada, por ser baseada em conceitos puramente geométricos, além de assumir um arranjo de baixo fator de empacotamento, como o cúbico simples.

Ryshkevitch e Duckworth<sup>21</sup>, através de ensaios de compressão em alumina e zircônia, observaram que os valores da resistência à compressão desses materiais variavam exponencialmente com a porosidade contida, de acordo com a seguinte relação:

$$\sigma = \sigma_0 \exp(-KP) \quad (4)$$

onde  $\sigma$  é a resistência à compressão do material poroso,  $\sigma_0$  a resistência à compressão do mesmo material, livre de poros,  $P$  a porosidade contida e  $K$ , uma constante.

Relações similares à descrita pela equação (4) foram também observadas posteriormente por outros autores, para diferentes materiais.

Arthur e Coulson<sup>33</sup>, descreveram a dependência da resistência à tração de cermets  $UO_2$ -aço inoxidável com a fração volumétrica de  $UO_2$ , até 60% de  $UO_2$ , pela equação (4) com  $K=3,8$ . Clausen<sup>28</sup>, a partir de ensaios de compressão diametral, encontrou para a resistência à tração indireta de espécimes de  $UO_2$  e UN, o mesmo tipo de dependência, com  $K=6,1$  e  $K=5$ , respectivamente. Salak et al.<sup>25</sup>,

compilando inúmeros dados da literatura e utilizando resultados próprios, descreveram a resistência à tração do ferro sinterizado, em função da porosidade, também pela equação (4) com  $K=4,3$ .

Segundo Petzow<sup>2</sup>, a constante  $K$  da expressão (4) depende, além dos materiais, da geometria dos poros ou partículas da fase incorporada, bem como do método de ensaio.

Uma possível explicação para essa dependência exponencial observada experimentalmente, foi fornecida por Exner e Pohl<sup>27</sup>, a partir de considerações probabilísticas sobre a variação, numa seção transversal, da área disponível para suportar a força aplicada ao material,  $A_{min}$ , com a porosidade (ou o conteúdo da fase incorporada). De acordo com esses autores, para um arranjo aleatório de poros (ou partículas) a propagação da fratura pode ser assumida como mostrado esquematicamente na Figura 4.

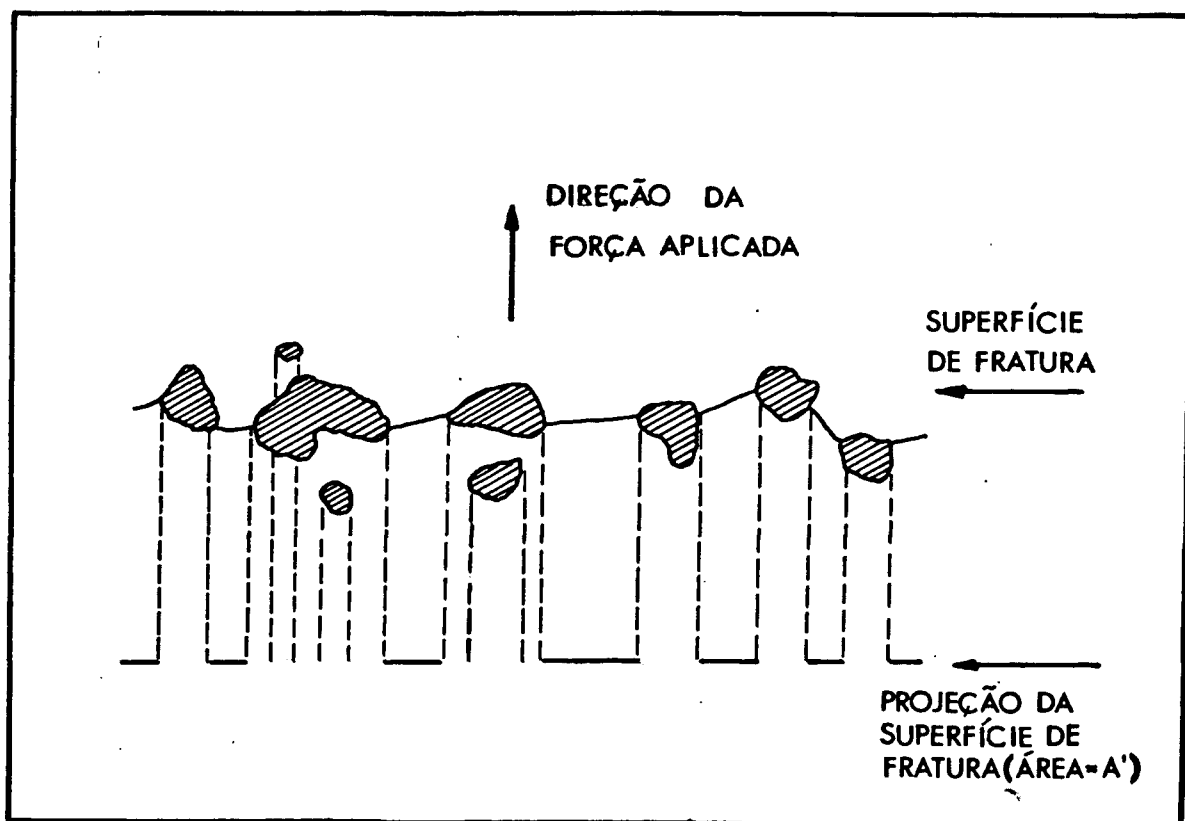


FIGURA 4 - Projeção esquemática da superfície de fratura em um material poroso, segundo Exner & Pohl<sup>27</sup>.

Numa camada adjacente à superfície de fratura, esta não inclui os poros (ou partículas) cuja projeção seja encoberta pela projeção dos maiores ou mais favoravelmente localizados. O aumento da concentração de poros (ou partículas) provoca uma redução na área de metal contida entre eles. Essa redução é proporcional à probabilidade dos poros adicionais se localizarem sobre a projeção da superfície de fratura. Como tal probabilidade é tanto maior, quanto maior for a área da projeção da superfície de fratura,  $A'$ ,

$$- \frac{dA'}{dP} = KA' \quad (5)$$

A solução da equação (12), com  $A' = A_0$  para  $P = 0$ , fornece

$$A' = A_0 \exp(-KP) \quad (6)$$

Como  $A' = A_{\min}$ , combinando-se as equações (2) e (6) obtém-se a relação exponencial experimentalmente observada:

$$\sigma = \sigma_0 \exp(-KP).$$

## 1.5 OBJETIVOS DO TRABALHO

O desempenho dos cermets  $U_3O_8 - Al$  sob irradiação já foi bem demonstrado, tanto por meio de ensaios de irradiação<sup>9</sup>, como pelo emprego propriamente dito em reatores de pesquisa ou de alto fluxo, como o HFIR<sup>11</sup>. Nesses casos, devido à utilização de urânio altamente enriquecido (93%  $^{235}U$ ), uma concentração de  $U_3O_8$  da ordem de 40% em peso (máximo de 17,7% em volume) é suficiente. Com o emprego de urânio de menor enriquecimento (20%  $^{235}U$ ), deve-se proceder a um aumento substancial na concentração de  $U_3O_8$ , de modo a elevar a densidade de urânio no combustível, permitindo que este substitua os que estão em operação, à base de urânio com 93%  $^{235}U$ , sem alterações substanciais no núcleo do reator.

Elementos combustíveis com até 65% em peso de  $U_3O_8$ , fabricados com urânio enriquecido a 20%, operaram satisfatoriamente em reator de pesquisa<sup>12</sup>. Porém, dependendo das características do reator, é necessário o uso de concentrações de  $U_3O_8$  ainda maiores que 65% em peso (máximo de 37,4% em volume).

Esse aumento considerável no conteúdo de  $U_3O_8$  implica em certas dificuldades de fabricação, necessitando-se ajustar as técnicas de fabricação para permitir a produção de cermets  $U_3O_8 - Al$

com a mesma qualidade, porém com maiores concentrações de  $U_3O_8$ . Esse aprimoramento ou mesmo o desenvolvimento de novas técnicas requer um melhor conhecimento da influência da concentração de  $U_3O_8$  nas propriedades dos cermetes  $U_3O_8 - Al$ . Algumas propriedades importantes, como a condutividade térmica<sup>14</sup> e a compatibilidade entre o  $U_3O_8$  e o  $Al$ <sup>12-17</sup>, já foram estudadas praticamente para toda a faixa de composições  $U_3O_8 - Al$ . Sobre o comportamento mecânico desses cermetes, que é um dado importante para a previsão da sua estabilidade sob irradiação<sup>4</sup>, praticamente não há dados na literatura. Em vista disso, os seguintes objetivos foram colocados para este trabalho:

- 1- fabricação de cermetes homogêneos, variando a concentração de  $U_3O_8$  numa faixa compreendida entre 0 e 80% em peso de  $U_3O_8$ , através do forjamento rotativo de pré-compactados cilíndricos da mistura  $U_3O_8 - Al$ . Essa técnica foi escolhida por facilitar a preparação de corpos de prova para ensaios de tração;
- 2- investigar a influência das características dos materiais utilizados na fabricação (pós de  $U_3O_8$  e de  $Al$ ) nas propriedades dos cermetes  $U_3O_8 - Al$ . Avaliar como o controle dessas características, bem como das diversas etapas de fabricação, pode contribuir para minimizar os efeitos prejudiciais devido ao emprego de altas concentrações de  $U_3O_8$  no combustível;
- 3- investigar, através de ensaios de tração, a influência da concentração de  $U_3O_8$  (entre 0 e 80% em peso) e da temperatura (entre 25 e 400 °C) no comportamento mecânico dos cermetes  $U_3O_8 - Al$  obtidos por forjamento rotativo;
- 4- Comparar os resultados obtidos para os cermetes  $U_3O_8 - Al$  com os resultados publicados na literatura para outros tipos de cermetes, inclusive não nucleares e analisá-los a partir dos modelos teóricos apresentados na introdução.

## CAPÍTULO II

## MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

II.1 FABRICAÇÃO DE CERMETS  $U_3O_8$ -Al PELA TÉCNICA DE METALURGIA DO PÓ.

A metalurgia do pó é uma técnica bastante eficiente para a produção de elementos combustíveis nucleares contendo altas concentrações de urânio. Essa técnica permite a fabricação direta de núcleos para elementos combustíveis ou de pré-compactados para utilização em operações posteriores da fabricação de um elemento combustível, como por exemplo, a extrusão ou laminação, etapas típicas da produção de combustíveis para reatores de pesquisa<sup>34</sup>.

Com o emprego dessa técnica é possível o controle de importantes características do combustível, dentre as quais, as principais são:

- o conhecimento preciso da carga do isótopo físsil contida num elemento combustível;
- a distribuição do isótopo físsil com a homogeneidade necessária à manutenção do desempenho uniforme dos vários elementos combustíveis quanto ao fluxo de nêutrons e à transmissão de calor para o refrigerante;
- a incorporação de quantidades controladas de elementos mantenedores da taxa de queima<sup>8, 35, 36</sup>;
- a densidade do combustível (ou o volume de vazios).

II.2 DESCRIÇÃO DO PROCEDIMENTO UTILIZADO PARA A FABRICAÇÃO DOS CERMETS  $U_3O_8$ -Al.

Todas as amostras utilizadas foram preparadas de acordo com a sequência de procedimentos esquematizada no diagrama da Figura 5.

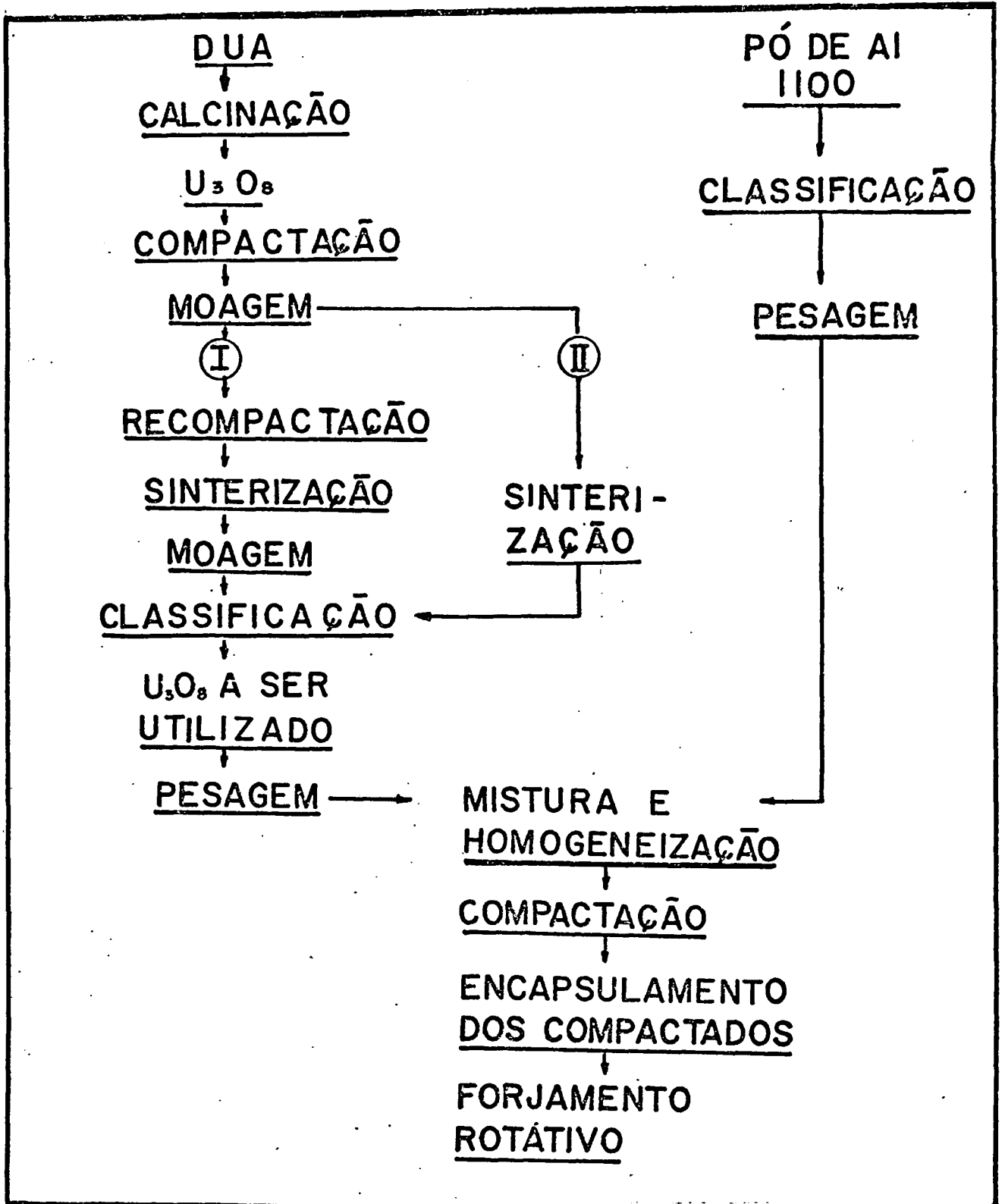


FIGURA 5 - Esquema do processo de fabricação de amostras de cer-  
mets  $U_3O_8$ -Al.

A seguir são discutidos os aspectos pertinentes a cada uma das etapas da Figura 5, bem como o procedimento experimental empregado para a obtenção dos materiais e na fabricação das amostras:

## II.2.1 OBTENÇÃO DO PÓ DE Al

### II.2.1.1 FATORES A CONSIDERAR

Na obtenção de produtos de alumínio por metalurgia do pó, os fatores mais importantes a serem levados em consideração<sup>37-42, 46</sup> são o tamanho (ou a distribuição de tamanhos) e a morfologia das partículas. As características morfológicas do pó são determinantes da facilidade ou dificuldade com que ele se acomoda no interior da matriz ou moldes. Pó com partículas irregulares ou nodulares apresentam boa "escoabilidade" e compressibilidade excelente, devido à interconexão das partículas durante a compactação. Pó constituídos por partículas grosseiras ou esféricas também apresentam boa "escoabilidade", mas levam a produtos finais com limites de escoamento e de resistência à tração menores. Pó finos ou "floculares", ao contrário, levam a produtos com maior resistência à tração; porém, têm "escoabilidade" ruim e tendem a se aglomerar, provocando a formação de gradientes de densidade na peça compactada. Essas diferenças de densidade dificultam o controle dimensional durante a sinterização dos compactados, principalmente se a geometria dos mesmos não for simples.

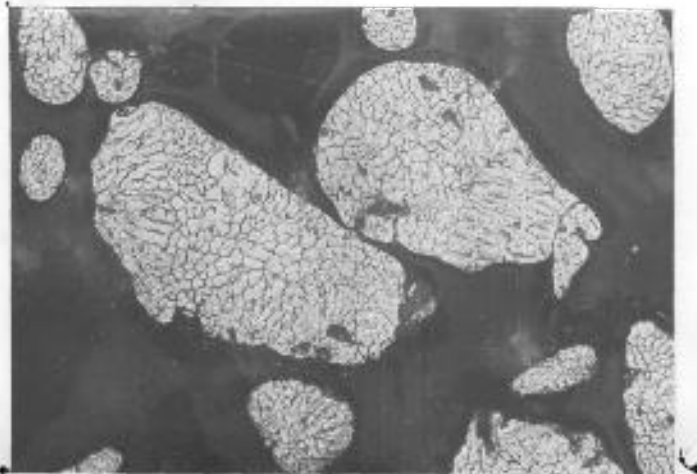
### II.2.1.2 PREPARAÇÃO

O pó de alumínio empregado na fabricação dos cermets é de pureza comercial (1100), sendo constituído por partículas nodulares e irregulares, conforme mostrado pelas micrografias da Figura 6. Esse pó apresenta boas características de compressibilidade, conforme pode ser visto na curva de compactação da Figura 10.

A preparação do pó para a fabricação das amostras consistiu somente na separação e recomposição de algumas frações granulométricas do pó como recebido, de modo a se ter a seguinte distribuição granulométrica:

74 - 53 $\mu$ m	- 50%
53 - 44 $\mu$ m	- 30%
- 44 $\mu$ m	- 20%

A  
500x



B  
150x

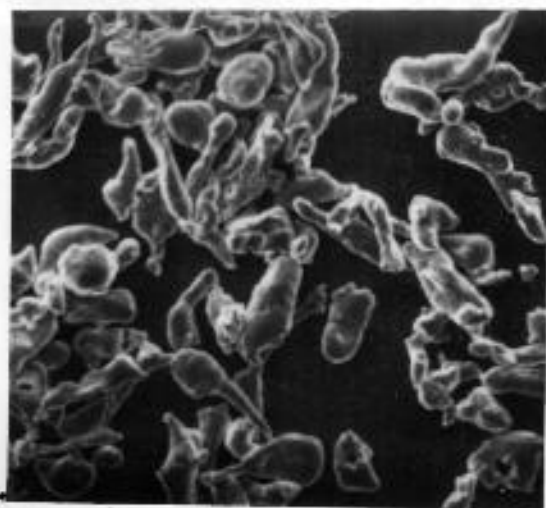


FIGURA 6 - Micrografias das partículas constituintes do pó de alumínio utilizado.

A: micrografia ótica em seção polida.

B: MEV.

Optou-se por uma distribuição mais ampla de tamanhos de partícula do pó de alumínio, visando reduzir a segregação do  $U_3O_8$  durante o processo de mistura dos pós<sup>51</sup>.

## II.2.2 OBTENÇÃO DO PÓ DE $U_3O_8$

### II.2.2.1 FATORES A CONSIDERAR

As partículas de  $U_3O_8$  devem satisfazer a uma série de requisitos do ponto de vista de fabricação dos cermet  $U_3O_8$ -Al. Os mais importantes são a densidade, a resistência à fragmentação, a morfologia e a área específica (BET). Densidades elevadas contribuem para reduzir o volume da fase dispersa e aumentam a resistência à fragmentação. Quanto à morfologia, deve-se notar que partículas angulosas, com a superfície muito irregular, produzem quantidades excessivas de fragmentos, alterando bastante a distribuição granulométrica de partida, isto é, aumentando a área específica, o que favorece o alinhamento longitudinal dos fragmentos (introduzindo propriedades direcionais nos cermet), o aparecimento de heterogeneidades na distribuição da fase físsil e o excessivo contato entre as partículas de óxido, provocando o aparecimento de zonas de aquecimento localizado durante a irradiação<sup>8, 9, 23, 43</sup>.

### II.2.2.2 PREPARAÇÃO DOS PÓS DE $U_3O_8$ A SEREM UTILIZADOS.

Objetivando a obtenção de pós com diferentes características, dois métodos foram empregados para a obtenção do  $U_3O_8$ . Esses métodos são descritos a seguir.

#### MÉTODO I ( $U_3O_8$ TIPO I)

- Calcinação de diuranato de amônio de pureza nuclear (fornecido pelo CEQ-IPEN), ao ar, a 580 °C, por 3 horas. Como produto dessa calcinação obteve-se um pó de  $U_3O_8$  com partículas finas (100% abaixo de 53µm) e friáveis.
- Compactação do pó obtido, à temperatura ambiente, em matrizes cilíndricas com 40mm de diâmetro e pressões da ordem de 160MPa.
- Trituração dos compactados e recompactação, à temperatura ambiente, em matrizes de 12mm de diâmetro, com pressões da ordem de 350MPa.

- Sinterização das pastilhas obtidas, ao ar, por 6 horas a 1400 °C.
- Trituração das pastilhas sinterizadas e classificação do pó oriundo da trituração, nas frações 104-74 µm, 74-53 µm e -44 µm.

A densidade das partículas desse pó foi medida através de picnometria com tolueno, para cada uma das frações classificadas. Os valores medidos foram satisfatórios (em torno de 99% da densidade teórica), conforme mostrado na Tabela 2. A Figura 7 mostra uma micrografia de varredura e uma micrografia óptica das partículas assim obtidas.

### MÉTODO II<sup>23, 35</sup> (U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> TIPO II)

- Calcinação do diuranato de amônio como no método I;
- Separação da fração abaixo de 44 µm (-325 mesh);
- Compactação dessa fração, em matrizes cilíndricas com 12mm de diâmetro, obtendo-se pastilhas com densidade igual a 63% da densidade teórica;
- Trituração das pastilhas;
- Sinterização dos grânulos obtidos, ao ar, por 3 horas a 1250 °C, após uma pré-sinterização a 1000 °C por 10 horas;
- Classificação do pó obtido, nas frações 74-104 µm e 53-74 µm.

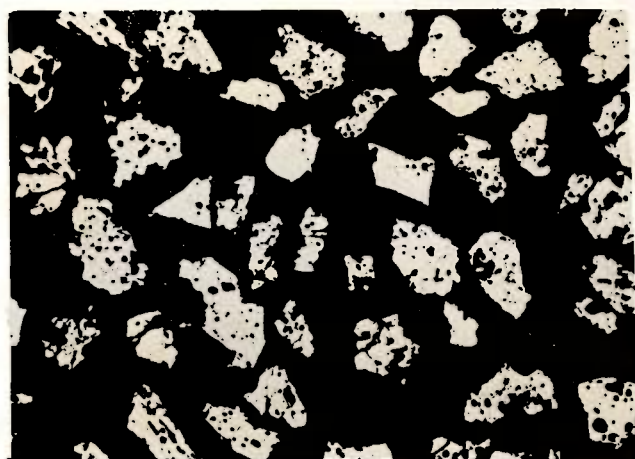
Na Figura 8 apresenta-se uma micrografia de varredura e uma micrografia óptica dos grânulos de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> obtidos por este método. A densidade desses grânulos (Tabela 2), também medida por picnometria com tolueno, é um pouco menor do que as densidades correspondentes às partículas do pó I, tendo em vista ter sido utilizada uma temperatura de sinterização menor.

Comparando-se as micrografias das Figuras 7 e 8, observa-se que as partículas de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> tipo I são mais irregulares que as de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> tipo II, apresentando ainda superfícies mais rugosas. Esses fatores contribuem para reduzir a resistência à fragmentação das partículas de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> tipo I.

No caso das dispersões U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-Al, a escolha do tamanho médio das partículas de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> deve ser feita considerando-se que o tamanho é limitado superiormente pela elevada redução em área a ser dada nos compactados durante o processo de transformação mecânica, uma vez que as partículas com diâmetros muito

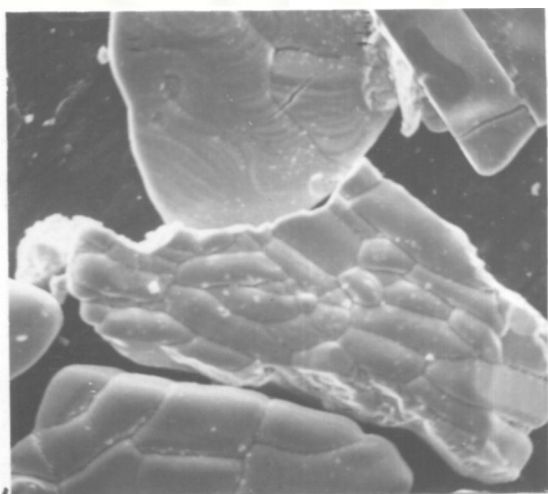


A 750X

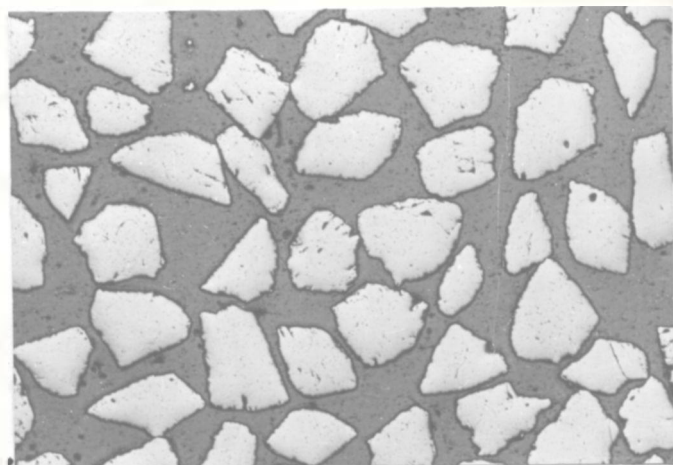


B 86 X

FIGURA 7 - Micrografia eletrônica de varredura das partículas de  $U_3O_8$  obtidas pelo método I (A) e micrografia óptica das seções das mesmas partículas (B).



A 750 X



B 135 X

FIGURA 8 - Micrografias das partículas de  $U_3O_8$  obtidas pelo método II. A: Varredura - B: Óptica, seções polidas.

grandes, relativamente à espessura final do cerne do elemento com bustível; sofrerão fragmentação intensiva. Além disso, a penetração das partículas grandes de  $U_3O_8$  no revestimento dificultará a manutenção de sua espessura com as tolerâncias necessárias. O limite inferior é determinado por fatores como: homogeneidade na distribuição do  $U_3O_8$  na matriz, reatividade entre o  $U_3O_8$  e o Al e danos de irradiação<sup>6, 9</sup>.

Os tamanhos ou faixas de tamanhos de partícula que parecem ter produzido os melhores resultados na fabricação de cermets são<sup>35, 48, 49</sup>; 105 a 149  $\mu m$ , 74 a 105  $\mu m$  e 53 a 74  $\mu m$ .

Tipo de Pó	Tamanho de Partícula ( $\mu m$ )	Densidade ( $g/cm^3$ )	% da Densidade Teórica
I	< 44	8,31 $\pm$ 0,07	98,9
I	53 - 74	8,32 $\pm$ 0,05	99,0
I	74 - 104	8,36 $\pm$ 0,07	99,5
II	53 - 104	8,12 $\pm$ 0,01	96,7

TABELA 2 - Densidade das partículas de  $U_3O_8$  segundo as frações granulométricas. Determinação feitas por picnometria com tolueno<sup>44</sup>. Densidade teórica do  $U_3O_8 = 8,4 g/cm^3$  (ref.23).

## II.2.3 MISTURA DOS PÓS DE $U_3O_8$ E Al

### II.2.3.1 FATORES A CONSIDERAR

O grau de miscibilidade, bem como a velocidade com que dois pós podem ser misturados, são fatores que dependem das características dos sólidos, dos equipamentos de mistura e das condições de operação<sup>45</sup>. Quanto às características dos pós, as mais importantes são:

- distribuição dos tamanhos de partícula;
- forma e características superficiais das partículas;
- densidades das partículas;
- coeficiente de atrito entre as partículas;
- conteúdo de umidade;
- ângulo de repouso.

As características mais importantes dos equipamentos de mistura são:

- dimensões e geometria do misturador;
- materiais de construção e acabamento das superfícies.

Quanto às condições de operação, deve-se ressaltar:

- massa de cada constituinte adicionada;
- razão do volume do misturador para o volume da mistura;
- método, sequência e velocidade de adição dos constituintes;
- velocidade de rotação ou agitação do misturador.

Como normalmente os dois sólidos a serem misturados apresentam partículas compreendidas numa faixa de tamanhos, as maiores tendem a permanecer acima e as menores a ir para o fundo do misturador. A segregação também ocorrerá quando houver diferenças acentuadas de densidade entre os constituintes da mistura. Geralmente, para razões entre densidades menores do que 3:1, o efeito da distribuição de tamanhos é mais pronunciado do que a diferença de densidades<sup>45</sup>.

### II.2.3.2 PREPARAÇÃO DE MISTURAS $U_3O_8$ -Al

Na preparação das misturas de  $U_3O_8$  e Al para compactação, foram utilizados os pós de  $U_3O_8$  tipo I e II, obtidos como descrito no item 2. As composições dos pós, em termos de faixas granulométricas foram as seguintes, tanto para as misturas Al- $U_3O_8$  tipo I, como para as misturas Al- $U_3O_8$  tipo II.

$U_3O_8$		ALUMÍNIO - 1100	
FRAÇÃO GRANULOMÉTRICA	%	FRAÇÃO GRANULOMÉTRICA	%
74 - 104 $\mu$ m	70	53 - 74 $\mu$ m	50
53 - 74 $\mu$ m	30	44 - 53 $\mu$ m	30
53 - 74 $\mu$ m	30	- 44 $\mu$ m	20

Para evitar variação de concentração em amostras semelhantes, a pesagem dos pós foi feita individualmente para cada uma das misturas preparadas.

Como a razão entre as densidade do  $U_3O_8$  e do Al é da ordem de 3:1, optou-se por alterar a distribuição dos tamanhos de partícula do pó de alumínio como recebido, de modo a serem conseguidas misturas com o mínimo possível de segregação.

O processo de mistura foi ajustado empiricamente, levando-se em conta os fatores anteriormente citados como significativos. Foram tentados misturadores cilíndricos sem sucesso, já que a segregação do  $U_3O_8$  era intensa. Optou-se então por um misturador de vidro, tipo V, com diâmetro de 25mm e volume igual a 60mL. Com esse misturador foram conseguidas misturas satisfatórias utilizando-se tempos de mistura iguais a 15 min para todas as concentrações de  $U_3O_8$  e velocidades ajustadas entre 60 e 80rpm, de acordo com a concentração de  $U_3O_8$ .

O grau de homogeneidade obtido com esse procedimento foi avaliado através da preparação de misturas com várias concentrações de  $U_3O_8$  tipo I. Essas misturas, uma vez prontas, foram subdivididas em frações com aproximadamente a mesma massa. Cada uma das frações foi compactada, utilizando-se a mesma matriz, com 269 MPa. Observando-se as variações das densidades dos compactados (Tabela 3), nota-se que elas são pequenas, o que indica a homogeneidade das misturas assim obtidas, com a ressalva de o serem para o tamanho de amostra escolhido.

% EM PESO DE $U_3O_8$ NA MISTURA	Nº DE FRAÇÕES	DENSIDADE MÉDIA DOS COMPACTADOS OBTIDOS COM ESSAS FRAÇÕES	DESVIO PADRÃO
		g/cm <sup>3</sup>	g/cm <sup>3</sup>
20	12	2,97	0,04
40	5	3,41	0,05
60	5	4,05	0,05
80	5	4,90	0,03

TABELA 3 - Variação da Densidade de Compactados Provenientes de Misturas Homogeneizadas e Fracionadas.

## II.2.4 COMPACTAÇÃO À TEMPERATURA AMBIENTE

### II.2.4.1 FATORES A CONSIDERAR

As propriedades físicas dos cermets  $U_3O_8$  e Al dependem também do processo de compactação. A pressão, temperatura e atmosfera são fatores decisivos nesse processo<sup>51</sup>. Além desses fatores ambientais, deve-se considerar também as condições nas quais a compactação é efetuada, uma vez que, somente o controle das características de compressibilidade do pó, como visto em II.2.1, não é suficiente para assegurar o controle das características e propriedades físicas dos compactados. Nessas condições de compactação incluem-se o uso de lubrificantes adequados, a relação entre as áreas de atrito e de compactação e o tempo de residência de pressão aplicada<sup>38</sup>.

Quanto às partículas em si, os fatores influentes no processo de compactação são: 1) a distribuição dos tamanhos das partículas - devido à variação da área específica e, conseqüentemente, do atrito entre as partículas metálicas e entre estas e as partículas cerâmicas; 2) a deformação plástica das partículas metálicas e elástica das partículas cerâmicas - esta principalmente quando se trata de cermet com grande concentração de fase cerâmica, onde a fase metálica está no limite de se tornar descontínua. Nesse caso, com a aplicação da pressão, as partículas cerâmicas são solicitadas por esforços elásticos crescentes e, com a retirada da carga, as deformações são aliviadas, ocorrendo o aparecimento de trincas no compactado<sup>51</sup>; 3) o encruamento das partículas metálicas.

Na compactação uniaxial, existe uma distribuição de tensões intermediária entre o estado uniaxial puro e o estado triplo. Em conseqüência ocorre o aparecimento de uma "textura de compactação" (Fig. 9) e de gradientes de densidade no material compactado. Esses fenômenos podem ser evitados, utilizando-se outras técnicas de adensamento, como a compactação isostática, por exemplo<sup>42, 50, 51</sup>.

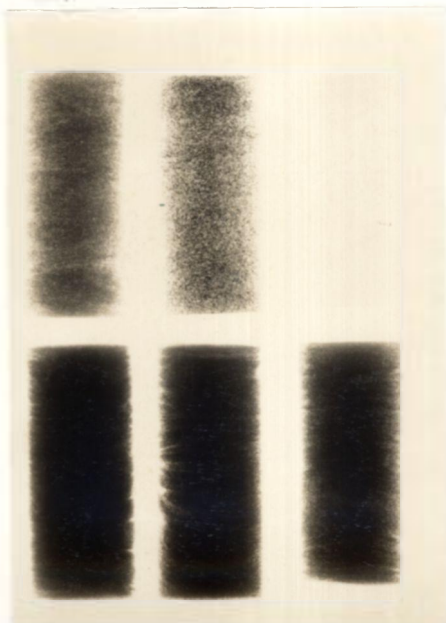


FIGURA 9 - Radiografias dos compactados de  $U_3O_8$ , evidenciando a formação de "textura" de compactação. A concentração de  $U_3O_8$  aumenta da direita para a esquerda, de cima para baixo.

#### II.2.4.2 COMPRESSIBILIDADE DAS MISTURAS $U_3O_8$ -Al

As curvas de compactação da Figura 10 obtidas segundo norma da ASTM<sup>47</sup>, mostram os valores da pressão de compactação (P) em função da densidade relativa (d), de acordo com a expressão de Balshin<sup>50</sup>,  $\ln P = Kd + B$ . São apresentadas curvas para o pó de Al (-44  $\mu m$ ) e para misturas de  $U_3O_8$  e Al contendo 50 e 80% em peso de  $U_3O_8$  tipo I, preparadas de acordo como descrito em II.2.3.

No caso de metais, as constantes K e B dessa expressão dependem da natureza do pó - tipo, forma das partículas, área específica (atrato entre as partículas)<sup>38, 40-42, 46</sup> e limite de escoamento das partículas metálicas<sup>50</sup>.

Para as misturas  $U_3O_8$ -Al, a dependência da densidade relativa com a pressão de compactação é similar à que ocorre para o alumínio -44  $\mu$ m, isto é, as curvas exibem uma mudança de inclinação a partir de uma determinada pressão de compactação. Para pressões baixas (<200 MPa), os fatores predominantes na densificação, provavelmente são a morfologia e a superfície específica das partículas. Com a elevação das pressões, o aumento da deformação plástica provoca o encruamento das partículas que, aliado às pressões opostas exercidas pelo ar retido entre elas, produzem uma mudança na inclinação das curvas<sup>50</sup>, necessitando-se então, de pressões muito maiores para iguais variações nas densidades relativas.

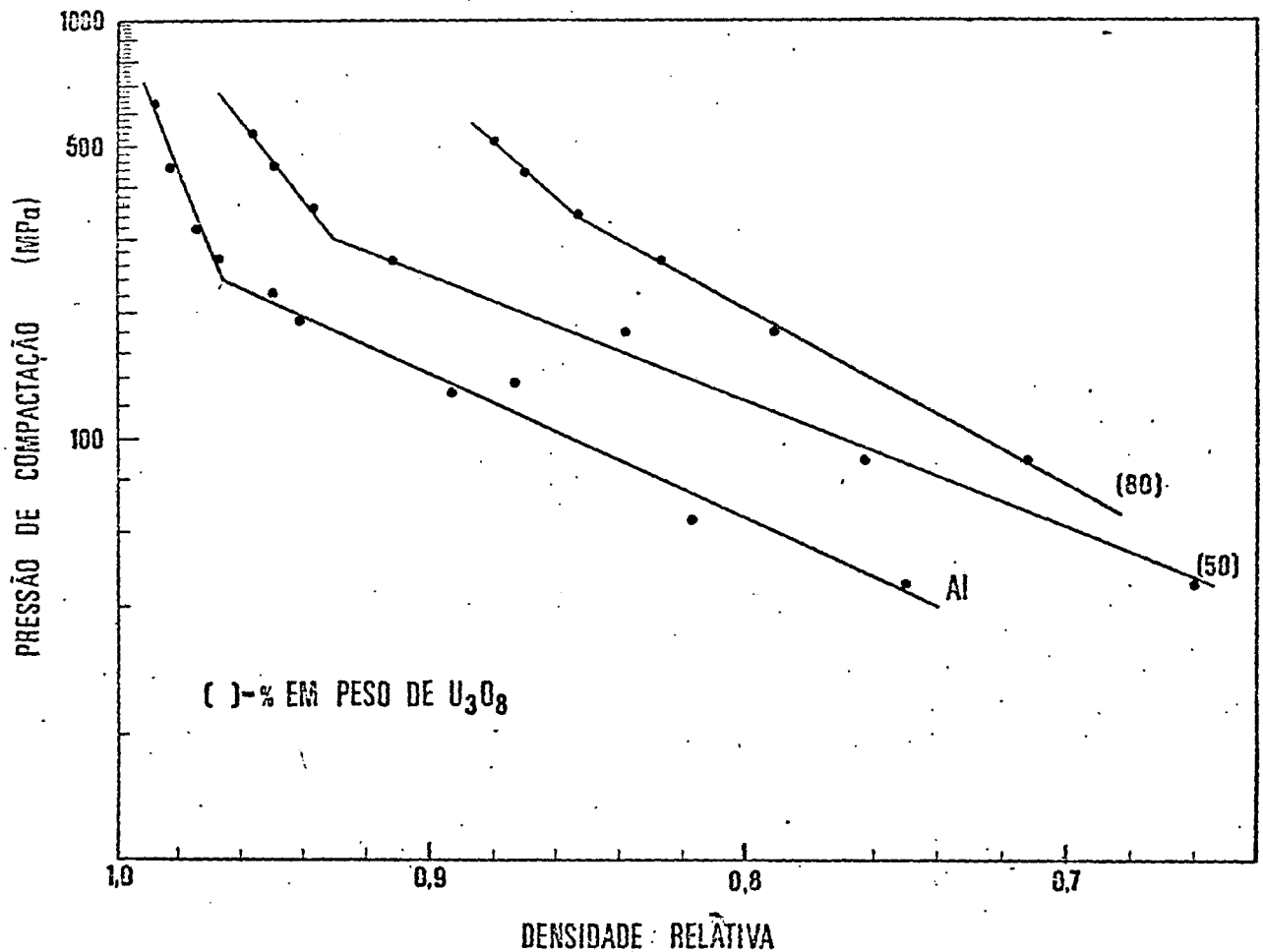


FIGURA 10. - Variação da densidade relativa com a pressão de compactação, para pó de Al -44  $\mu$ m e misturas  $U_3O_8$ -Al com 50 e 80% em peso de  $U_3O_8$  - tipo I.

A inclinação K aumenta quando se eleva a concentração da fase cerâmica, devido às suas características de compressibilidade inferiores e às maiores quantidades de deformação elástica impostas ao compactado, em virtude do maior volume de material cerâmico nele contido.

### II.2.4.3 COMPACTAÇÃO

A determinação da quantidade de mistura a compactar foi determinada de modo a serem obtidos compactados cilíndricos com alturas em torno de 24mm. Para isso foi utilizada uma matriz cilíndrica de duplo efeito, com diâmetro igual a 11,8mm. A pressão de compactação foi fixada em 269 MPa ( $2,74 \text{ tf/cm}^2$ ). Observando-se a curva de compactação do pó de alumínio, na Figura 10, pode-se ver que, acima dessa pressão, são necessárias pressões muito grandes para se obter pequenas variações na densidade do compactado, razão pela qual adotou-se 269 MPa na compactação de todas as amostras. Após o carregamento, a pressão foi mantida por 30s, tempo suficiente para se conseguir a densidade máxima correspondente às condições de compactação. A lubrificação dos punções e matrizes foi feita com estearato de zinco diluído em benzol.

Para determinação das densidades aparentes, os compactados foram simplesmente pesados e medidos com o auxílio de um micrômetro. Com as densidades aparentes foram calculadas as frações volumétricas de cada componente, utilizando-se as relações dadas no apêndice. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 4. Observa-se nessa tabela que, para amostras com a mesma concentração de  $\text{U}_3\text{O}_8$ , a variação na densidade aparente é bastante pequena, isto é, são obtidos compactados com características bem reproduzíveis. Para compactados com composições intermediárias não são apresentadas as variações da densidade aparente, por ter sido feita somente uma medida (foi preparado somente um compactado para cada uma dessas composições).

As curvas da Figura 11 mostram a variação da densidade relativa dos compactados com a fração volumétrica de alumínio contida (valores da Tabela 4) para os dois tipos de pó de  $\text{U}_3\text{O}_8$ . Observa-se que, para uma determinada composição, os compactados mais densos são aqueles que contêm o pó de  $\text{U}_3\text{O}_8$  tipo II. Esse fato se deve às características morfológicas e superficiais do

CONCENTRAÇÃO DE $U_3O_8$ % EM PESO	DENSIDADE TEÓRICA ( $g/cm^3$ )	DENSIDADE A VERDE MÉDIA ( $g/cm^3$ )	DENSIDADE RELATIVA ( $d/d_T$ )	FRAÇÕES VOLUMÉTRICAS (%)		POROSIDADE (%)
				$U_3O_8$	Al	
0 (Al)	2,7	$2,612 \pm 0,004$	0,967	0	96,7	3,3
$U_3O_8$ - Tipo I						
5	2,795	2,685	0,961	1,6	94,5	3,9
10	2,897	$2,785 \pm 0,006$	0,961	3,3	92,8	3,9
15	3,006	2,857	0,950	5,1	89,9	5,0
20	3,124	$2,978 \pm 0,006$	0,953	7,1	88,2	4,7
25	3,252	3,071	0,944	9,1	85,3	5,6
30	3,390	$3,195 \pm 0,007$	0,943	11,4	82,9	5,7
35	3,541	3,295	0,931	13,8	79,3	6,9
40	3,706	$3,441 \pm 0,009$	0,929	16,4	76,5	7,1
45	3,887	3,546	0,912	19,0	72,2	8,8
50	4,087	$3,728 \pm 0,008$	0,912	22,2	69,0	8,8
55	4,308	3,851	0,894	25,2	64,2	10,6
60	4,554	$4,053 \pm 0,004$	0,890	29,0	60,0	11,0
65	4,831	4,202	0,870	32,5	54,5	13,0
70	5,143	$4,438 \pm 0,011$	0,863	37,0	49,3	13,7
75	5,498	4,605	0,838	41,1	42,7	16,2
80	5,906	$4,884 \pm 0,021$	0,827	46,5	36,2	17,3
$U_3O_8$ - Tipo II						
10	2,897	$2,790 \pm 0,003$	0,963	3,3	93,0	3,7
20	3,124	$2,996 \pm 0,004$	0,959	7,1	88,8	4,1
30	3,390	$3,228 \pm 0,002$	0,952	11,5	83,7	4,8
40	3,706	$3,491 \pm 0,004$	0,942	16,6	77,6	5,8
50	4,087	$3,795 \pm 0,006$	0,929	22,6	70,3	7,1
60	4,554	$4,153 \pm 0,005$	0,912	29,7	61,5	8,8
70	5,143	$4,562 \pm 0,007$	0,887	38,0	50,7	11,3
80	5,906	$5,056 \pm 0,003$	0,856	48,2	37,5	14,3

TABELA 4 - Características dos compactados  $U_3O_8$ -Al preparados para forjamento rotativo a 500 °C.

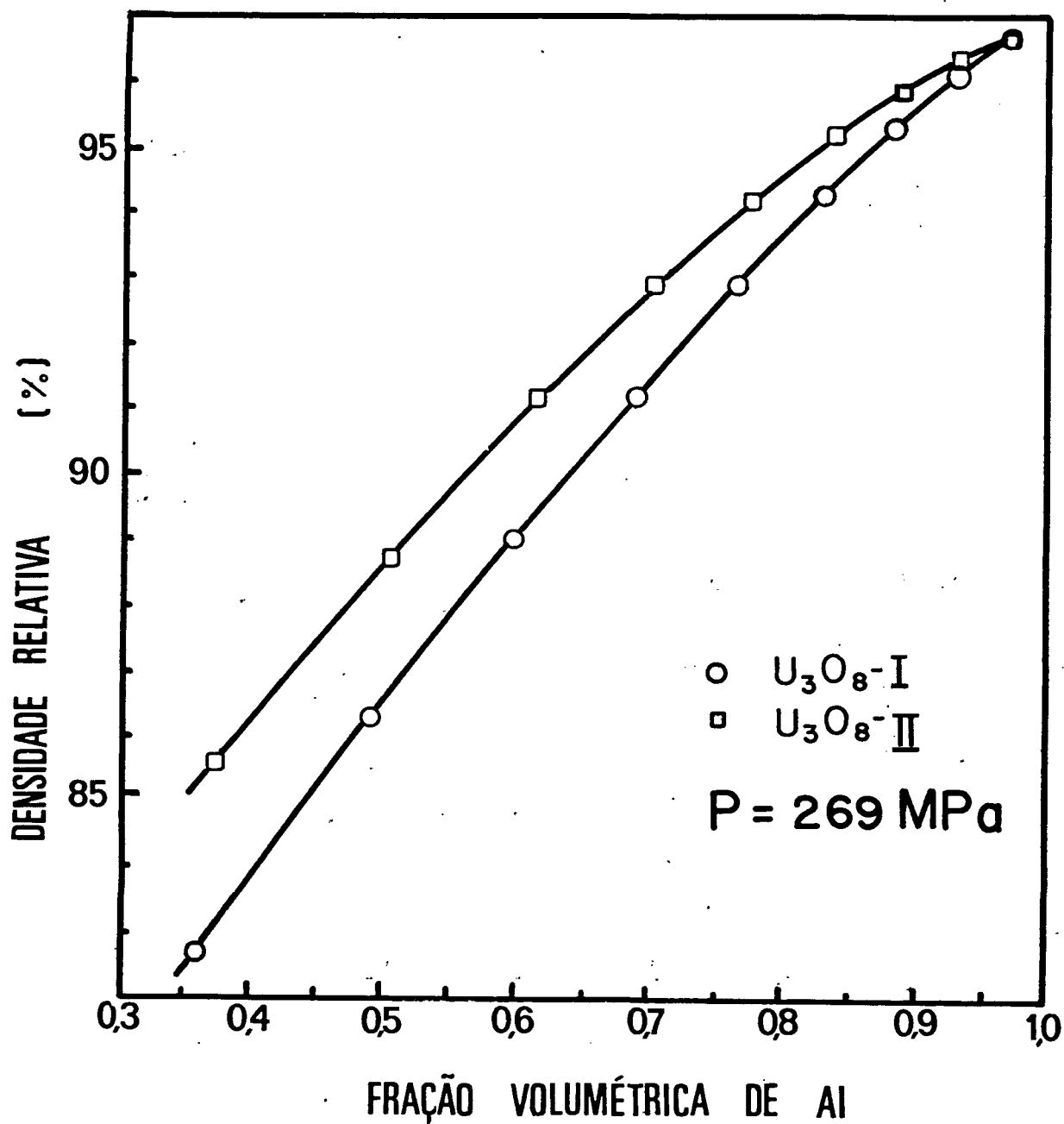


FIGURA 11 - Variação da densidade relativa dos compactados U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-Al com a fração volumétrica de alumínio.

pó de  $U_3O_8$  tipo II, que são mais adequadas quanto ao aspecto da compressibilidade das misturas, conforme discutido no Item II.2.4.

Essas curvas mostram que o controle das características morfológicas e superficiais do pó de  $U_3O_8$  pode ser executado de modo a melhorar as características de compressibilidade da mistura  $U_3O_8$ -Al, para que sejam conseguidas densidades maiores com menores pressões de compactação. A redução da pressão de compactação implica na redução da fragmentação das partículas de  $U_3O_8$  e, conseqüentemente, na melhoria da qualidade dos cermetes.

## II.2.5 MONTAGEM E FORJAMENTO ROTATIVO DOS COMPACTADOS

### II.2.5.1 PREPARAÇÃO E MONTAGEM DOS COMPACTADOS

Antes de serem encapsulados, os compactados foram aquecidos por 1 hora, a  $450^\circ C$ , sob pressão da ordem de  $10^{-1}$  torr, para a eliminação dos estearato de zinco remanescente na superfície.

Para possibilitar o forjamento dos compactados, estes foram introduzidos em cápsulas de alumínio, fechadas por meio de solda nas tampas, conforme mostrado no esquema da Figura 12. Para economia de tempo na preparação de amostras, foram colocados dois compactados em cada cápsula.

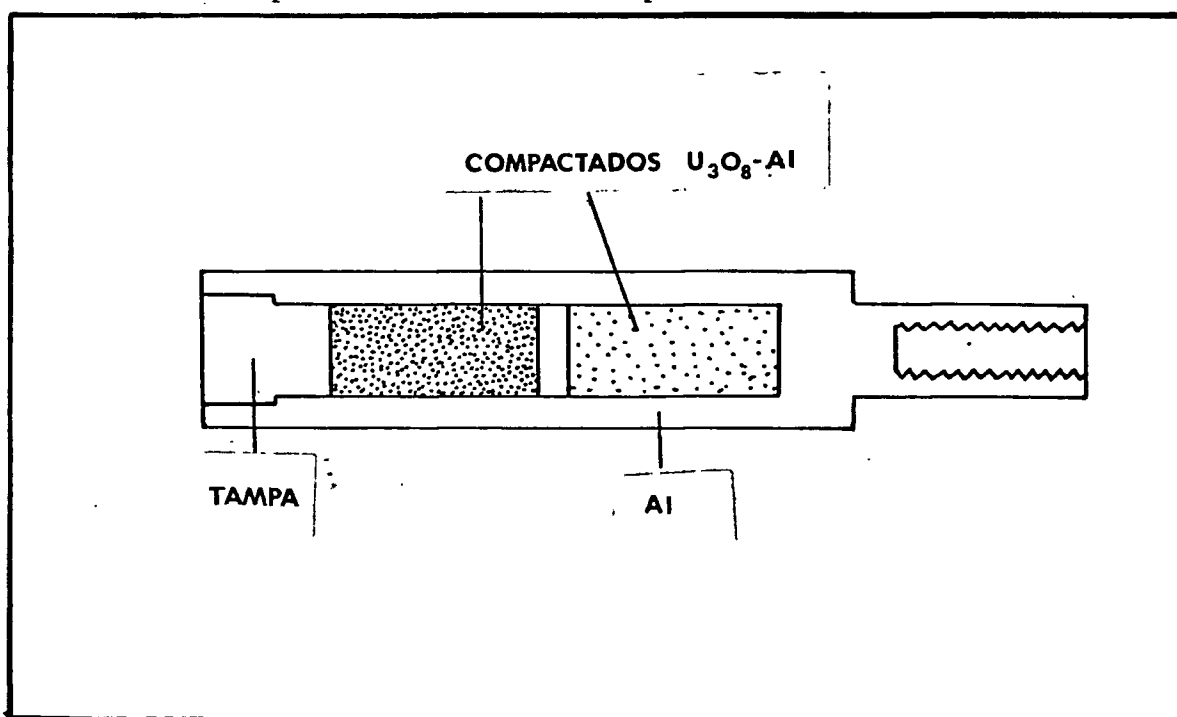


FIGURA 12 - Esquema de uma cápsula contendo compactados  $U_3O_8$ -Al, pronta para ser forjada.

## II.2.5.2 FORJAMENTO ROTATIVO

Para o forjamento rotativo das cápsulas contendo compactados  $U_3O_8$ -Al, utilizou-se uma máquina marca Torrington, tipo 323, dotada de matrizes escamoteáveis. A alimentação foi feita manualmente, utilizando uma haste de aço fixada às cápsulas por meio de rosca, uma vez que a máquina não dispõe de dispositivo para alimentação automática.

O aquecimento das cápsulas foi feito num forno de resistência elétrica, contíguo à máquina. Antes de ser iniciado o forjamento, as cápsulas foram mantidas 1 hora a  $540^\circ C$ . Durante a troca de matrizes, entre os sucessivos passes, as cápsulas eram retornadas ao forno por 15 minutos. Após o último passe, o resfriamento foi feito ao ar. As reduções em área nas cápsulas foram as seguintes:

Nº do Passe	Ø Entrada (mm)	Ø Saída (mm)	Redução em Área (%)
1	20	19,56	4,4
2	19,56	17,53	19,7
3	17,53	15,75	19,3
4	15,75	14,10	19,9
5	14,10	12,70	18,8

A redução total na área da seção transversal dos compactados foi medida através das radiografias sendo igual a 65% e não dependendo da composição do compactado.

Na Figura 13 apresenta-se uma macrografia da seção transversal de uma cápsula forjada contendo um cermet  $U_3O_8$ -Al com 30% em peso de  $U_3O_8$  (tipo I).

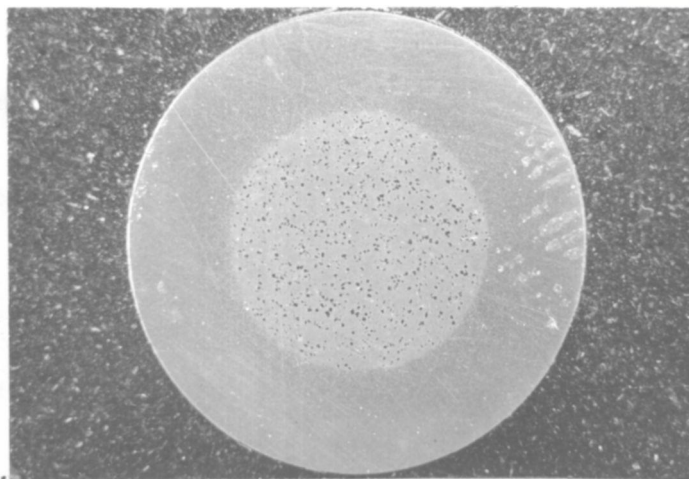


FIGURA 13 - Macrografia da seção transversal de uma cápsula forjada contendo cermet  $U_3O_8$ -Al com 30% em peso de  $U_3O_8$ . Sem ataque. Aumento: 4,8 vezes.

## II.2.6. CARACTERIZAÇÃO DOS CERMETS FABRICADOS

### II.2.6.1 RADIOGRAFIAS

Após o forjamento, as cápsulas foram radiografadas para a localização dos cermets no seu interior, bem como para a verificação do estado dos mesmos, quanto a trincas ou outros defeitos. Na Figura 14 apresenta-se uma dessas radiografias.



FIGURA 14 - Impressão de radiografia de cápsulas forjadas contendo cermets  $U_3O_8$ -Al.

### II.2.6.2 MEDIDAS DE DENSIDADE, DETERMINAÇÃO DAS FRAÇÕES VOLUMÉTRICAS DE $U_3O_8$ E Al E DA POROSIDADE DOS CERMETS $U_3O_8$ -Al.

De todos os cermets  $U_3O_8$ -Al fabricados foram retirados pequenos discos com cerca de  $0,3 \text{ cm}^3$ , para determinação das densidades. O método de medida utilizado foi o hidrostático, com xilol como líquido.

Na Tabela 5 são apresentados os valores das densidades dos cermets fabricados com o pó de  $U_3O_8$  tipo I e tipo II. O número de determinações de densidade foi mais reduzido para o tipo II porque o número de amostras era menor. Nessas tabelas são apresentadas também as frações volumétricas de  $U_3O_8$ , alumínio e poros.

Embora os compactados do tipo II tivessem densidade maior que os do tipo I, após o forjamento obtiveram-se cermets com densidades equivalentes, conforme mostrado na Tabela 5. Essa equivalência indica que a influência do processo de formação dos compactados na densidade final dos cermets predomina sobre a influência da densidade a verde (Tabela 4).

A comparação entre as densidades a verde e após o forjamento dos compactados pode ser feita através das curvas da Figura 15, correspondentes a compactados e cermets contendo  $U_3O_8$  do tipo I. Essas curvas mostram que a densificação produzida pelo forjamento rotativo dos compactados,  $\Delta d$ , aumenta com o aumento da concentração de  $U_3O_8$ . Esse fato sugere que a maior parte dos poros está contida nas interfaces metal-óxido, uma vez que a quantidade dessas interfaces também aumenta com a concentração de  $U_3O_8$ . No caso dos compactados e cermets contendo  $U_3O_8$  do tipo II são obtidas curvas semelhantes às da Figura 15.

### II.2.6.3 HOMOGENEIDADE DA DISPERSÃO DO $U_3O_8$

O grau de homogeneidade da dispersão das partículas de  $U_3O_8$  na matriz de alumínio é satisfatório, conforme mostram as micrografias da Figura 16, correspondentes às seções transversais à direção do forjamento e da Figura 17, correspondentes a seções longitudinais. Nota-se, ainda, que os efeitos direcio

CONCENTRAÇÃO DE $U_3O_8$ NO CERMET (%) EM PESO)	DENSIDADE TEÓRICA $d_T$ ( $g/cm^3$ )	DENSIDADE MÉDIA $d$ ( $g/cm^3$ )	DENSIDADE RELATIVA MÉDIA ( $d/d_T$ )	FRAÇÕES VOLUMÉTRICAS (%)		POROSIDADE MÉDIA (%)
				Al	$U_3O_8$	
0 (Al)	2,7	$2,715 \pm 0,022$	1	1	0	0
$U_3O_8$ - Tipo I						
5	2,795	2,833	1	98,3	1,7	0
10	2,897	$2,912 \pm 0,017$	1	96,5	3,5	0
15	3,006	2,908	0,967	91,6	5,2	3,2
20	3,124	$3,138 \pm 0,076$	1	92,5	7,5	0
25	3,252	3,224	0,991	89,5	9,6	0,9
30	3,390	$3,363 \pm 0,089$	0,992	87,2	12,0	0,8
35	3,541	3,661	1	84,8	15,2	0
40	3,706	$3,643 \pm 0,082$	0,983	81,0	17,3	1,7
45	3,887	3,970	1	78,7	21,3	0
50	4,087	$4,003 \pm 0,050$	0,979	74,1	23,8	2,1
55	4,308	4,260	0,989	71,0	27,9	1,1
60	4,554	$4,443 \pm 0,061$	0,976	65,8	31,7	2,5
65	4,831	4,726	0,978	61,2	36,6	2,2
70	5,143	$4,987 \pm 0,058$	0,970	55,4	41,6	3,0
75	5,498	5,438	0,989	50,4	48,5	1,1
80	5,906	$5,647 \pm 0,098$	0,956	41,8	53,8	4,4
$U_3O_8$ - Tipo II.						
10	2,897	2,893	0,999	96,4	3,5	0,1
20	3,124	3,115	0,997	92,3	7,4	0,3
30	3,390	3,377	0,996	87,6	12,0	0,4
40	3,706	3,620	0,977	80,4	17,3	2,3
50	4,087	3,983	0,975	73,8	23,7	2,5
70	5,143	4,963	0,965	55,1	41,4	3,5
80	5,906	5,738	0,972	42,5	54,7	2,8

TABELA 5 - Densidades de cermets  $U_3O_8$ -Al contendo  $U_3O_8$  tipo I e tipo II, obtidos por forjamento rotativo de compactados a 773 K e respectivas frações volumétricas de  $U_3O_8$  e Al e porosidade contidas.

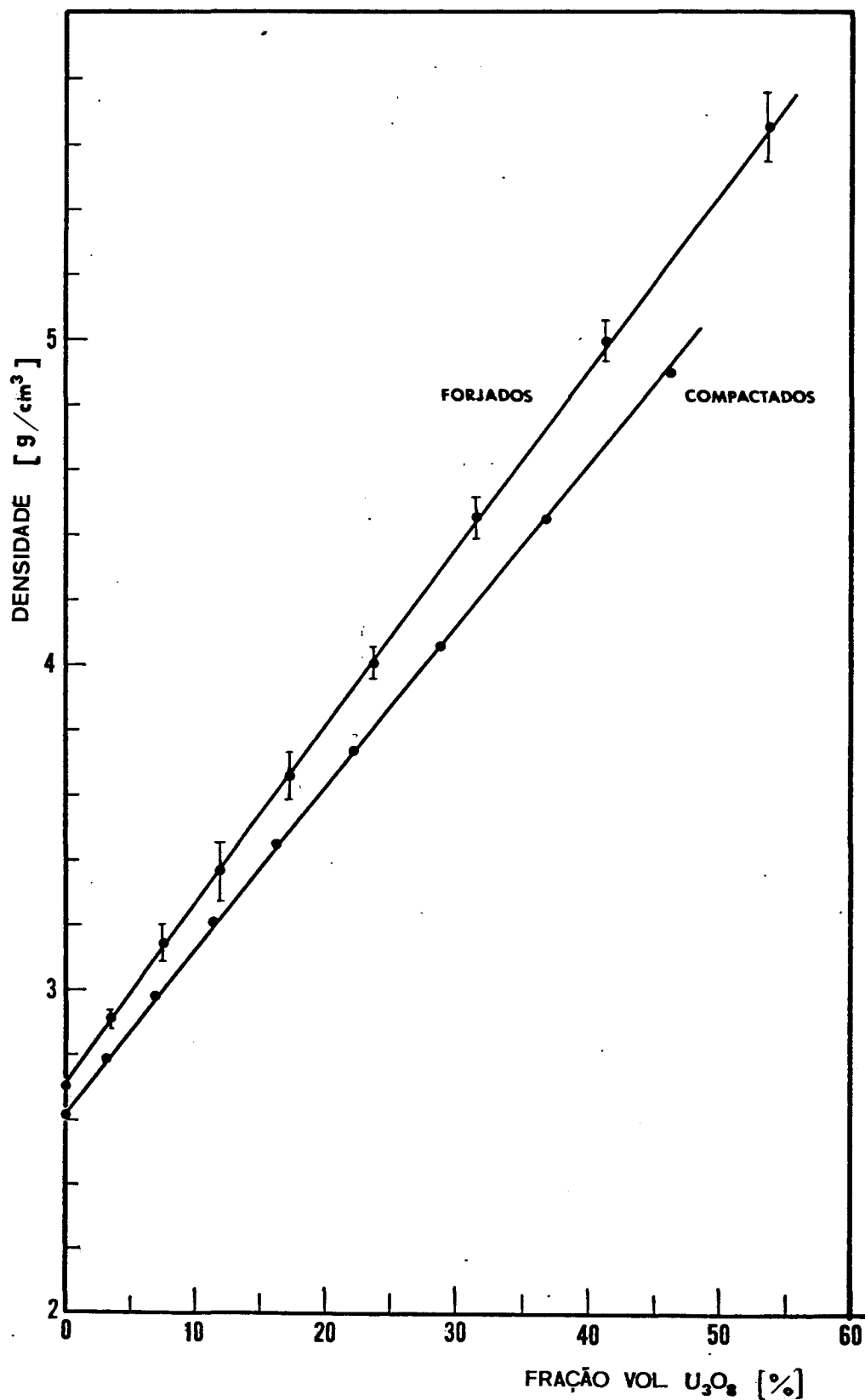
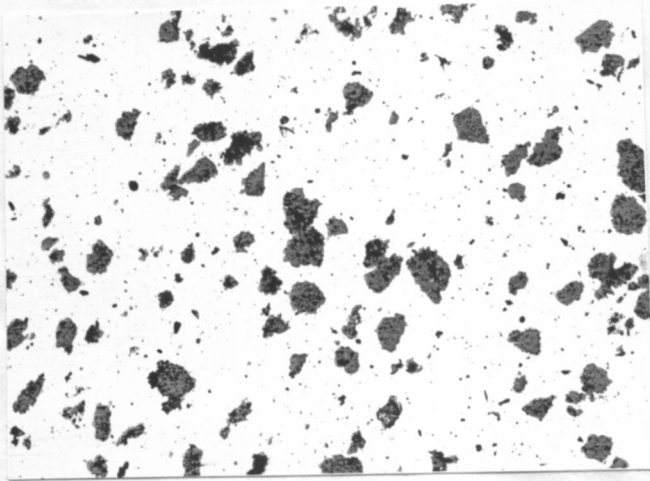
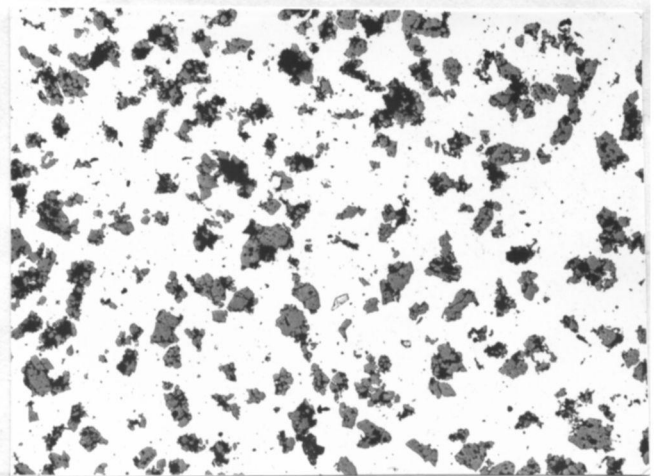


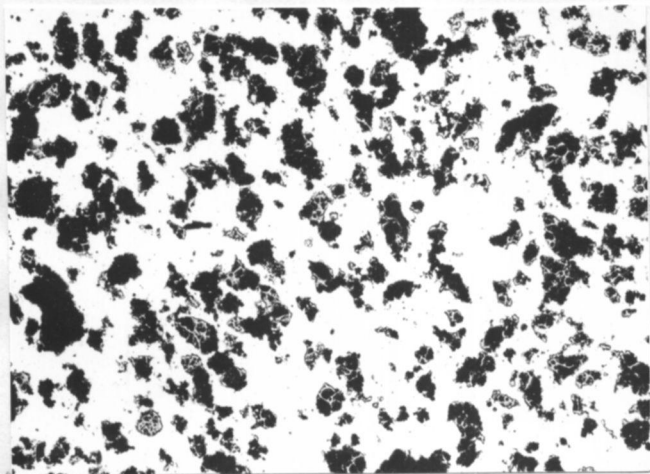
FIGURA 15 - Densidades dos compactados contendo U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> do tipo I e densidades dos cermets com eles fabricados.



30 %



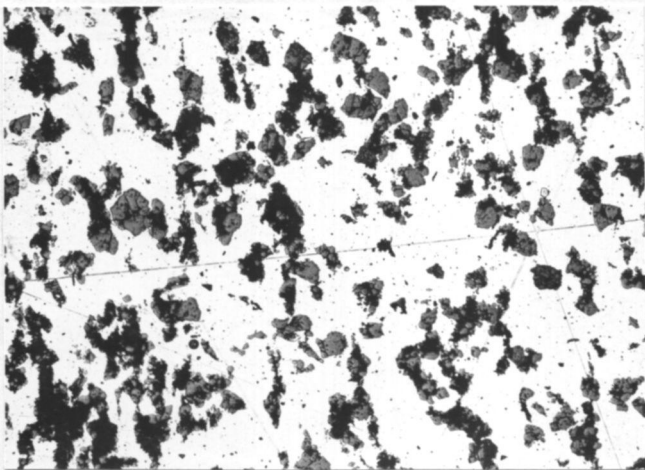
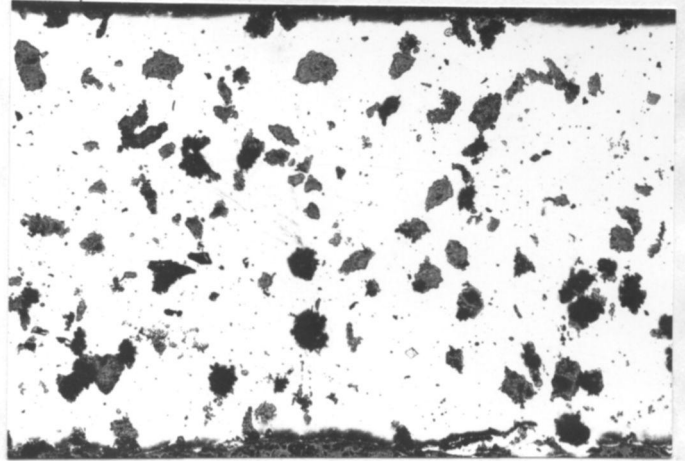
50 %



60 %

FIGURA 16 - Micrografias de seções transversais de cermets  $U_3O_8$ -Al contendo  $U_3O_8$  do tipo I. Sem ataque. Aumento: 44 vezes.

30 %



60 %

80 %

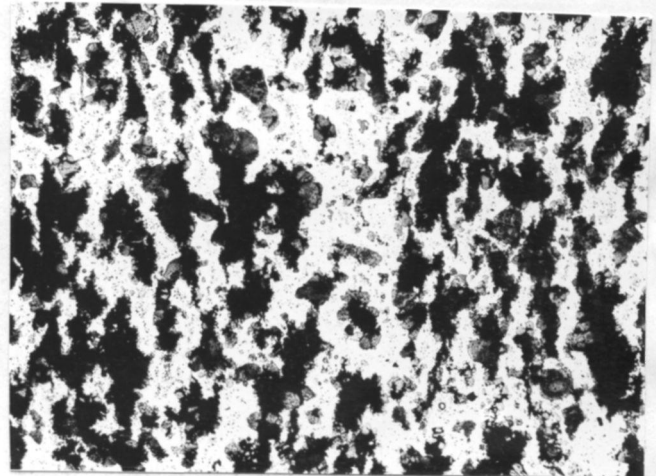


FIGURA 17 - Micrografias de seções longitudinais de cermets  $U_3O_8$ -Al contendo  $U_3O_8$  do tipo I. Sem ataque. Aumento: 44 vezes.

nais introduzidos na dispersão pelo processo de deformação não são muito pronunciados. Nas micrografias das Figuras 16 e 17, observa-se também que a aglomeração das partículas aumenta na medida em que se aumenta a concentração de  $U_3O_8$ . Os efeitos direcionais e a aglomeração de partículas podem ser minimizados aumentando-se o tamanho da partícula de  $U_3O_8$  proporcionalmente ao aumento da fração volumétrica.

#### II.2.6.4 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA ENSAIOS DE TRAÇÃO

Para a execução dos ensaios de tração foram utilizados somente cermets contendo  $U_3O_8$  do tipo I. As cápsulas forjadas (vide radiografia na Figura 14) foram cortadas em seções com 5cm de comprimento contendo os cermets no seu interior. O revestimento foi cuidadosamente removido por usinagem antes da preparação dos corpos de prova, que foi efetuada numa freza de alta rotação, marca Tensilkut. Na Figura 18 são dadas as dimensões nominais dos corpos de prova. As medidas de comprimento da parte útil foram feitas com o auxílio de um perfilômetro Nikon, empregando-se um aumento de 10 vezes.

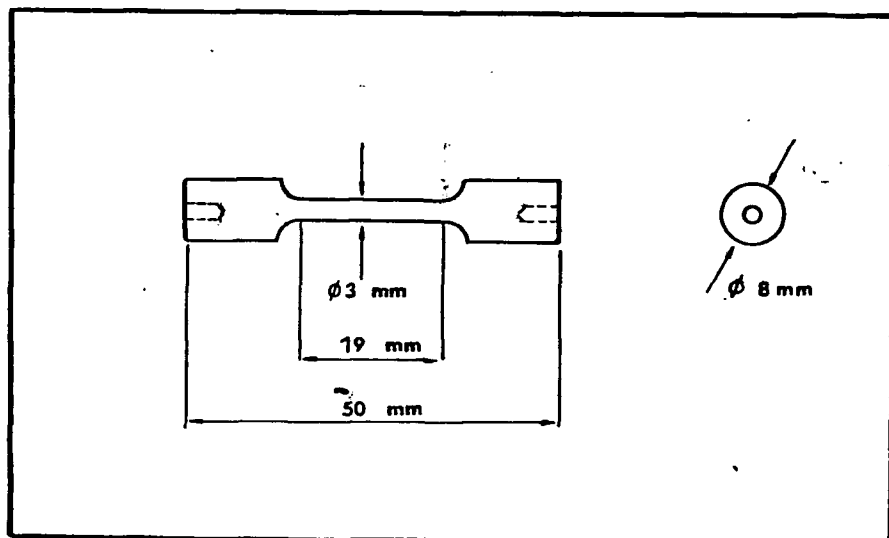


FIGURA 18 - Dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.

## II.2.7 ENSAIOS DE TRAÇÃO

Os ensaios de tração foram executados numa máquina universal, marca INSTRON, modelo 1125, empregando-se uma célula de carga de 500 kgf. A precisão na leitura dos valores de carga é igual a 0,05 kgf, que corresponde a cerca de 1% do menor valor medido. Em todos os ensaios foi utilizada a mesma velocidade de deformação, igual a 0,05 mm/min. Esse valor corresponde a uma velocidade nominal de deformação igual a  $4,3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

Os ensaios em altas temperaturas foram executados na presença de uma atmosfera de argônio, sendo a temperatura controlada por intermédio de um termopar de cromel-alumel localizado sobre uma das extremidades do corpo de prova. As maiores variações de temperatura registradas foram da ordem de 3K. Na maioria dos ensaios foi possível o controle de temperatura com precisão da ordem de 1K. Ao longo da seção útil não foram registrados gradientes de temperatura maiores que 1K.

## II.2.8 CORREÇÕES EFETUADAS NOS VALORES DE DEFORMAÇÃO

Devido às dimensões das amostras não foi possível o emprego de extensômetros para medida das deformações. Em vista disso, uma certa fração do valor de deformação obtido a partir do registrador da máquina, corresponde à deformação do sistema que tração os corpos de prova, principalmente nos acoplamentos com a célula de carga e com a base do sistema. As deformações das garras são muito pequenas, tendo em vista a pequena magnitude dos esforços aplicados (máximo igual a 600 N).

Para a determinação dos deslocamentos relativos ao sistema garras + acoplamentos + corpos de prova, dois procedimentos diferentes foram empregados, ambos na temperatura ambiente.

O primeiro consistiu simplesmente no acoplamento das garras superior e inferior, sem nenhum corpo de prova. As garras foram solicitadas por tração no intervalo de cargas empregado na série de ensaios com os cermets, sendo registrados os deslocamentos correspondentes.

No segundo procedimento, executou-se um ensaio de tração num corpo de prova de alumínio, sendo os deslocamentos medidos tanto por um extensômetro acoplado ao corpo de prova (deformação

do corpo de prova) como pelo procedimento usual, através da curva força - deslocamento dada pelo registrador da máquina (deformação do c.p. + deformação do sistema).

Para obter o deslocamento correspondente ao sistema garras + acoplamentos, fez-se a diferença entre os valores obtidos através da curva do registrador e aqueles fornecidos pelo extensômetro.

A relação entre o deslocamento correspondente ao sistema ( $\Delta l_c$ ) e a força aplicada (F) é dada por:

$$\Delta l_c = \frac{F}{K} \quad (7)$$

sendo a constante K igual a 3560 N/mm (363 kgf/mm). Com o auxílio desta expressão foram efetuadas as correções nos valores do alongamento até a ruptura dos cermetes  $U_3O_8-Al$ .

Na Figura 19 são mostradas as curvas força-deslocamento obtidas com o extensômetro e a partir do registrador da máquina, bem como a curva correspondente ao tracionamento das garras acopladas. Pode-se notar que esta última praticamente coincide com os valores dados pela equação (7).

Apesar da deformação do sistema relativamente à força aplicada ter sido determinada à temperatura ambiente, ela foi utilizada também para a correção dos resultados obtidos em altas temperaturas, uma vez que os valores de  $\Delta l_c$  praticamente correspondem só à deslocamentos no acoplamento com a célula de carga e com a base do sistema, como mostrado pela quase coincidência das curvas de correção obtidas com o uso de extensômetro e com o tracionamento das garras. Como a base, a célula de carga e os respectivos acoplamentos com as garras são sempre mantidos à temperatura ambiente, a mesma correção pode ser empregada.

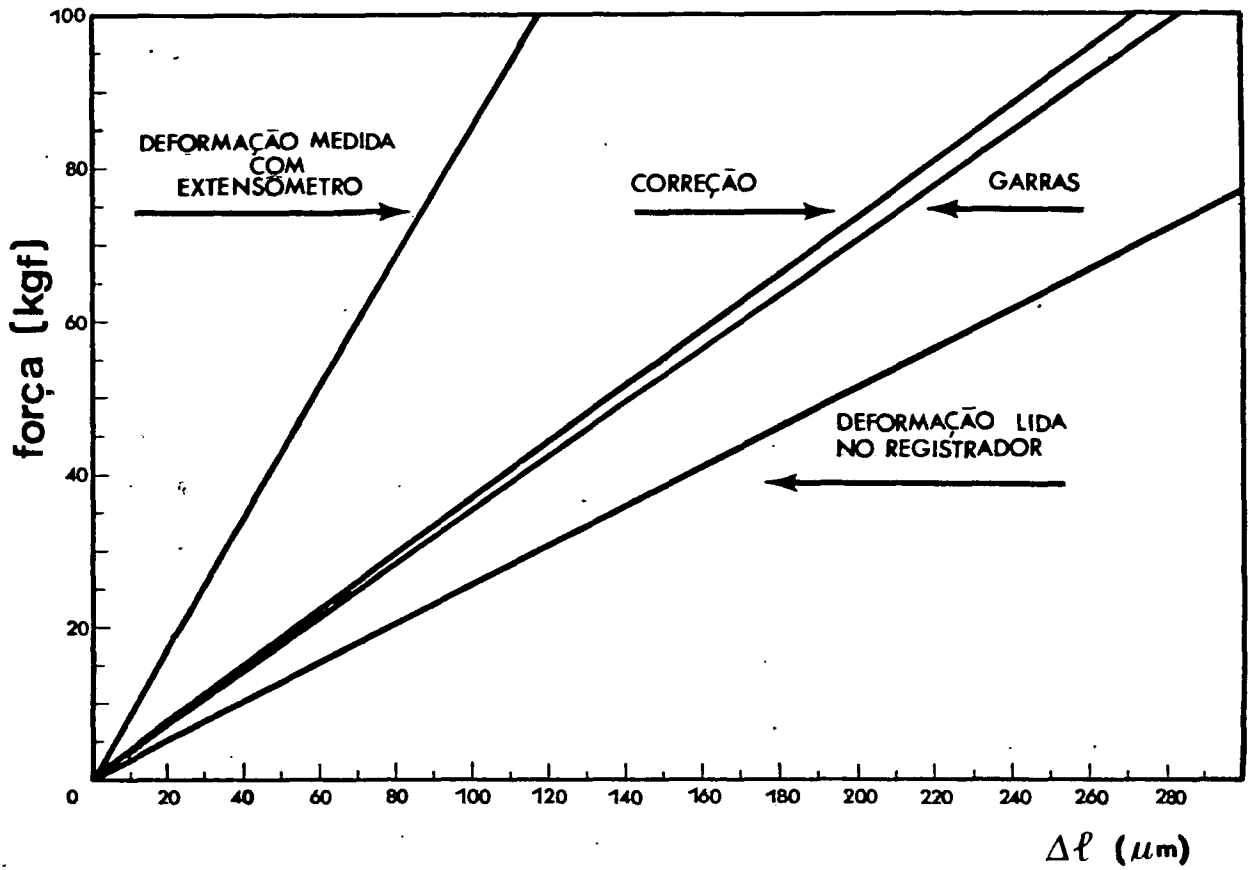


FIGURA 19 - Curvas força-deslocamento empregadas para a determinação da correção a ser efetuada nos valores de deformação fornecidos pelo registrador da máquina.

## CAPÍTULO III

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### III.1 CURVAS TENSÃO-DEFORMAÇÃO

Os ensaios de tração foram executados em cermets  $U_3O_8$ -Al contendo de 5 a 80% em peso de  $U_3O_8$  (1,7 a 53,8% em volume), nas temperaturas ambiente, 473, 573 e 673K. As curvas tensão nominal-deformação nominal obtidas para esses cermets são bem reproduzíveis, sendo similares às obtidas para as amostras de alumínio-1100, preparadas segundo o mesmo procedimento utilizado para os cermets, ou seja, forjamento rotativo de compactados a 773K. Essas curvas são caracterizadas inicialmente por uma região onde a tensão aplicada é diretamente proporcional à deformação (lei de Hooke), seguida de uma região onde a taxa de encruamento,  $d\sigma/d\varepsilon$ , decresce até a ruptura da amostra.

Na Figura 20 apresenta-se um conjunto de curvas tensão-deformação, obtidas à temperatura ambiente. Essas curvas ilustram o efeito da concentração de  $U_3O_8$  nos limites de escoamento e de ruptura, bem como no alongamento até a ruptura dos cermets. Na Figura 21 são mostradas curvas tensão-deformação correspondentes a cermets com 60% em peso de  $U_3O_8$ , obtidas em várias temperaturas. Tanto nas curvas da Figura 20 como nas da Figura 21 os valores da deformação foram corrigidos de acordo com o procedimento discutido em II.2.8. A observação das Figuras 20 e 21 mostra que tanto o limite de escoamento como o limite de resistência dos cermets  $U_3O_8$ -Al decrescem sensivelmente com o aumento da concentração de  $U_3O_8$  ou da temperatura.

#### III.2 INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO E DA TEMPERATURA NOS LIMITES DE ESCOAMENTO ( $\sigma_Y$ ) E DE RESISTÊNCIA ( $\sigma_R$ ) DOS CERMETS $U_3O_8$ -Al

Nas Tabelas 6 e 7 são apresentados os valores dos limites de escoamento e de resistência dos cermets  $U_3O_8$ -Al nas temperaturas ambiente, 473, 573 e 673K, respectivamente.

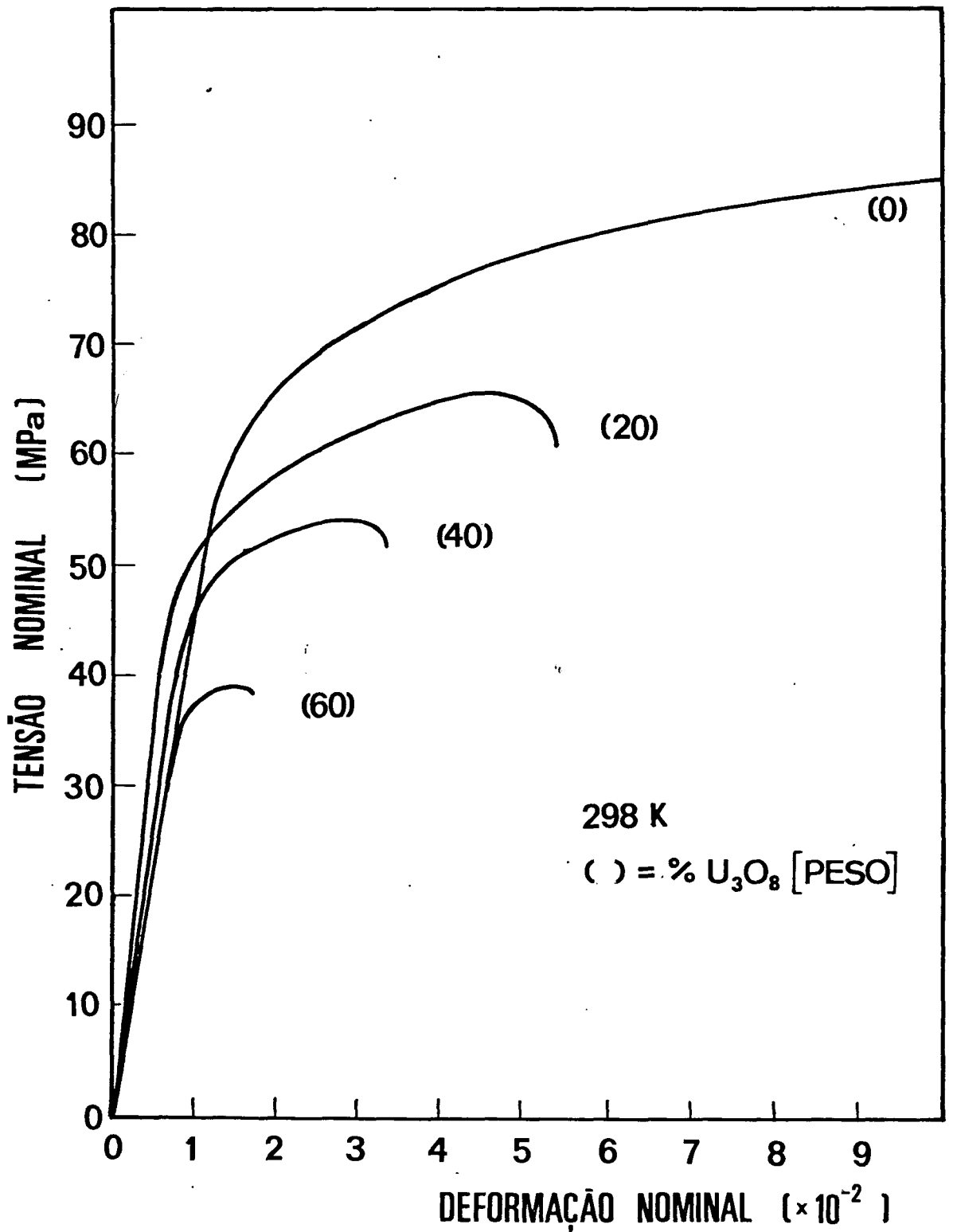


FIGURA 20 - Influência da concentração de  $U_3O_8$  (tipo I) nas curvas tensão-deformação de cermetes  $U_3O_8$ -Al, à temperatura ambiente.

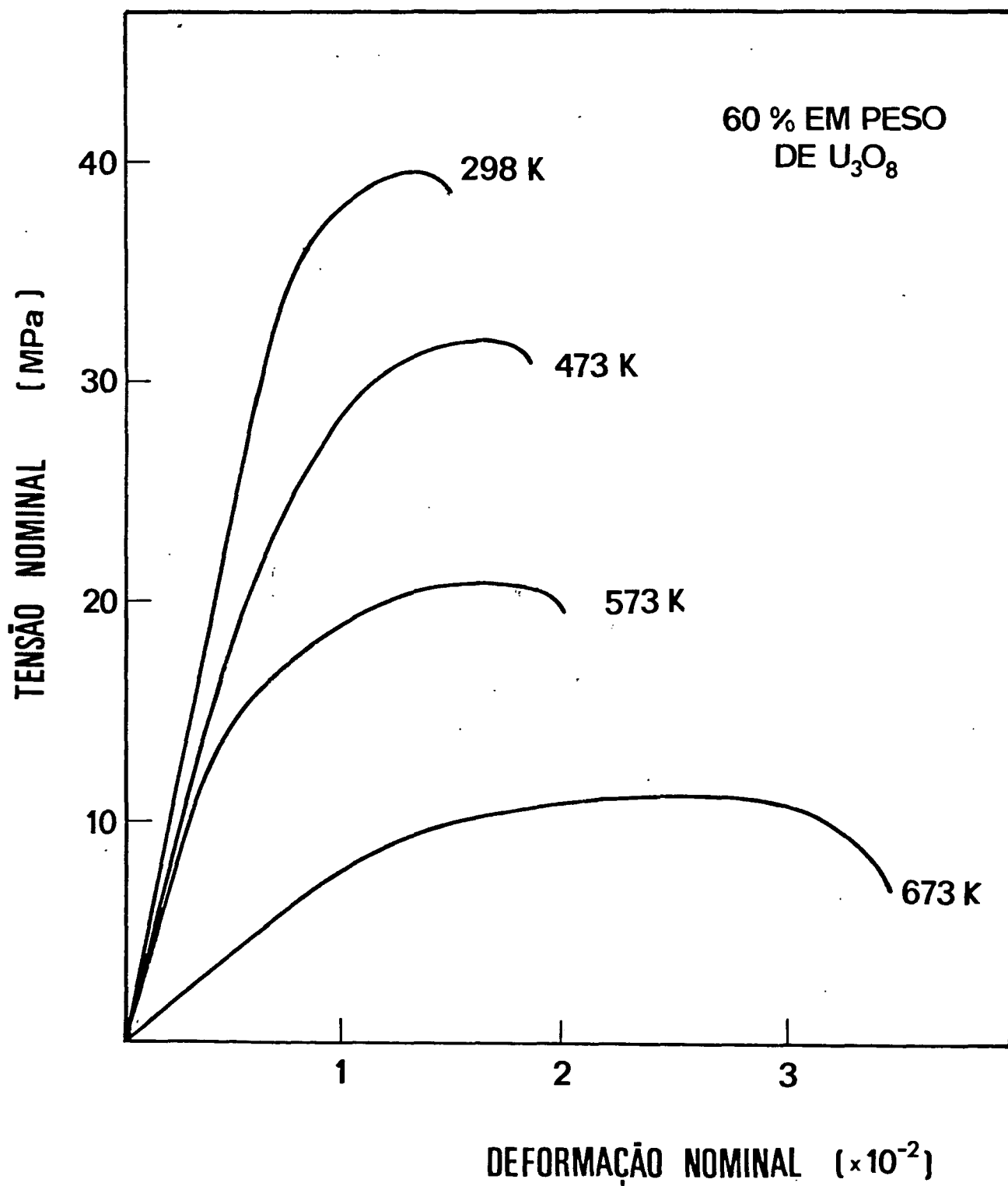


FIGURA 21 - Efeito da temperatura do ensaio nas curvas tensão-deformação de cermetos  $U_3O_8$ -Al contendo 60% em peso de  $U_3O_8$  (tipo I).

O limite de escoamento foi determinado por procedimentos convencionais, correspondendo à uma deformação plástica nominal igual a 0,2%. Devido a escorregamento do corpo de prova, relativamente às garras, em algumas amostras não foi possível a determinação do limite de escoamento, sendo determinado apenas o limite de resistência.

### III.2.1. RELAÇÕES ENTRE O LIMITE DE RESISTÊNCIA, O LIMITE DE ESCOAMENTO E AS QUANTIDADES RELATIVAS DAS FASES DOS CERMETS $U_3O_8$ -Al

Na Figura 22 são mostradas micrografias eletrônicas de varredura da superfície de fratura de amostras com 30 e 70% em peso de  $U_3O_8$ . Nessas micrografias podem ser observados aglomerados de fragmentos que constituíam partículas maiores de  $U_3O_8$ , antes do forjamento. Em partículas que permaneceram inteiras, pode-se observar a ausência de alumínio aderente à superfície do  $U_3O_8$ . Nota-se também nessas micrografias que a deformação do alumínio em redor das partículas de  $U_3O_8$  não altera a forma das cavidades que as contém, na seção transversal à direção da tensão aplicada. A fragmentação das partículas de  $U_3O_8$  e a ausência de alumínio aderente à superfície deste, em partículas que permaneceram inteiras, sugerem que a ligação entre as fases é praticamente inexistente, isto é, o efeito da ligação mecânica entre as partículas dispersas e a matriz é minimizado pelo fato das partículas terem se fragmentado ou trincado durante a fabricação do cermet. Com a aplicação de deformações esses fragmentos se deslocarão segundo a direção da tensão aplicada, pouco contribuindo para a resistência do cermet. Desse modo, o efeito da fase cerâmica descontínua ( $U_3O_8$ ) no comportamento mecânico desses cermets é basicamente a redução na área da fase contínua (Al), na seção transversal à direção da tensão aplicada. Essa influência é análoga à dos poros em metais sinterizados<sup>2, 4, 8, 20, 22, 24-27, 32</sup> ou em materiais cerâmicos<sup>2, 28</sup>, exceto pelo fato das partículas de  $U_3O_8$  manterem a forma das cavidades que ocupam na matriz durante o processo de formação, ao contrário dos poros que se alongam na direção da tensão aplicada.

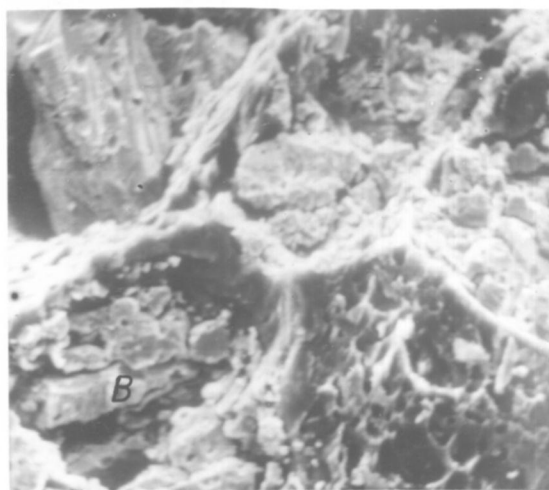
No gráfico da Figura 23 apresenta-se a variação do limite de resistência dos cermets,  $\sigma_R$ , normalizado em relação ao

CONCENTRAÇÃO DE $U_3O_8$	POROSIDADE	$\sigma_Y$	$\sigma_R$
(% PESO)	(VOL %)	(MPa)	(MPa)
0 *	-	59,8	86,6
0 *	-	64,5	87,5
5	-	47,6	81,0
5 *	0,72	58,6	81,4
10	-	53,5	76,5
10 *	3,00	-	73,1
15	3,26	53,1	74,5
15 *	2,56	51,2	66,9
20	-	49,8	66,5
20	-	52,1	69,0
20 *	-	49,3	63,7
25	0,86	51,7	67,6
30	0,80	50,8	66,9
30	0,80	49,9	60,8
30 *	6,22	-	61,8
35	-	49,1	63,5
40	1,70	46,8	55,2
40 *	4,80	49,0	54,8
45	-	44,5	51,7
50	2,06	41,7	47,8
50 *	8,03	43,4	44,4
55	1,11	43,2	46,1
55 *	8,43	39,3	41,8
60	2,44	37,4	39,6
65	2,17	39,5	40,0
70	3,03	35,3	35,4
75	1,09	28,2	28,2
80	4,39	26,4	26,5

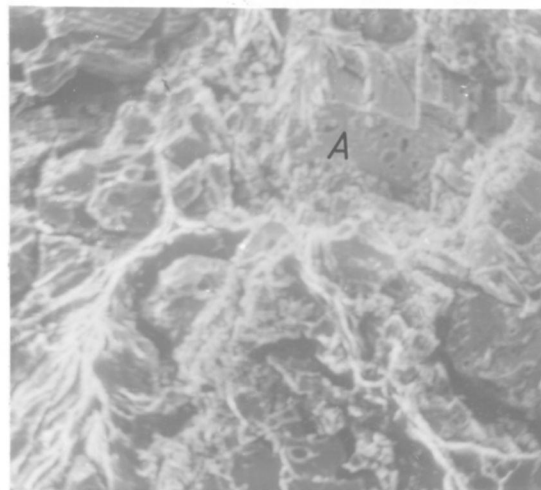
TABELA 6 - Limites de escoamento ( $\sigma_Y$ ) e Resistência ( $\sigma_R$ ) dos cer-  
mets  $U_3O_8$ -Al na temperatura ambiente (298K), de acordo  
com a concentração de  $U_3O_8$  e a porosidade residual.  
(\* ) Valores da Ref. 52.

473K			
CONCENTRAÇÃO DE $U_3O_8$	POROSIDADE	$\sigma_Y$	$\sigma_R$
(% PESO)	(VOL %)	(MPa)	(MPa)
0	-	39,3	49,8
10	-	39,7	48,2
20	-	39,7	48,3
30	0,80	40,0	44,6
40	1,70	32,8	38,3
50	2,06	34,6	35,3
60	2,44	27,1	30,0
70	3,03	24,1	24,5
573K			
0	-	28,5	29,7
10	-	31,5	32,0
20	-	25,7	27,7
30	0,80	21,2	25,6
40	1,70	23,3	25,8
50	2,06	19,2	22,2
60	2,44	-	19,1
70	3,03	16,1	16,9
80	4,39	-	12,4
673K			
0	-	17,5	18,3
0	-	16,1	18,2
10	-	16,4	17,7
20	-	14,3	16,9
30	0,80	12,4	14,4
40	1,70	12,8	14,6
50	2,06	-	13,6
60	2,44	9,3	11,1
70	3,03	10,3	11,5
80	4,39	7,7	8,3

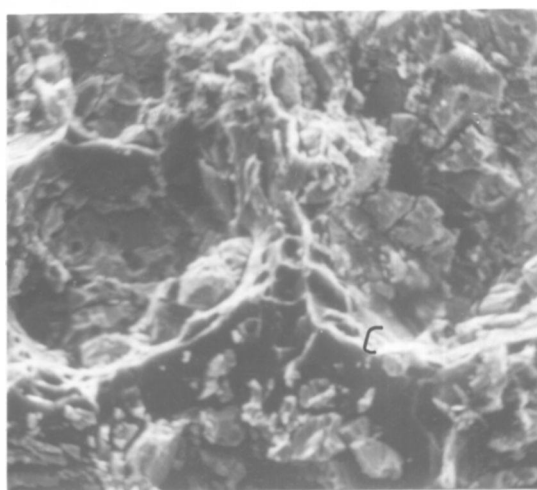
TABELA 7 - Limites de Escoamento ( $\sigma_Y$ ) e Resistência ( $\sigma_R$ ) dos cer-  
mets  $U_3O_8$ -Al a 473, 573 e 673K, de acordo com a concen-  
tração de  $U_3O_8$  e porosidade residual.



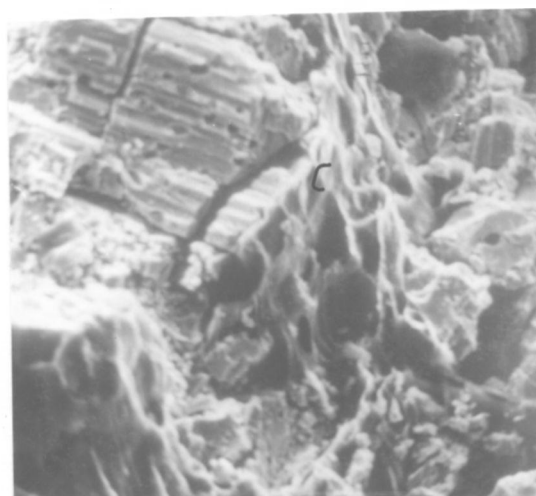
30 % 473 K



70 % 573 K



30 % 298 K



30 % 673 K

FIGURA 22 - Micrografias eletrônicas de varredura da superfície de fratura de cermets com 30 e 70% em peso de  $U_3O_8$ . As regiões assinaladas correspondem a:

- A- partículas de  $U_3O_8$  inteiras.
  - B- aglomerado de fragmentos que originalmente constituíam uma partícula de  $U_3O_8$ .
  - C- matriz (Al).
- Aumento: 750 vezes.

limite de resistência da matriz,  $\sigma_R^0$ , com a soma das frações volumétricas de  $U_3O_8$  e poros,  $f$ , e a temperatura. Procedimento similar é usado na Figura 24 para o limite de escoamento do cermet,  $\sigma_y$ , e da matriz,  $\sigma_y^0$ . Em geral, observou-se que a correlação dos valores de  $\sigma_R$  e  $\sigma_y$  com a fração volumétrica da fase dispersa é melhor se a porosidade residual dos cermets for considerada. Esse fato ocorre porque a contribuição dos poros e partículas à resistência mecânica é similar, isto é, ambos reduzem a área da matriz que suporta os esforços impostos ao material<sup>2</sup>.

O limite de resistência da matriz ( $\sigma_R^0$ ) foi medido em amostras de Al-1100 obtidas por metalurgia do pó, de acordo com o mesmo procedimento empregado na fabricação dos cermets (Figura 5). Dentro da precisão do método de medida, a porosidade dessas amostras pode ser considerada nula. Conforme foi discutido no item II.2.6.2, há indicações de que a porosidade residual dos cermets concentra-se nas interfaces metal-cerâmica, ficando a matriz isenta de poros. Dessa forma, os valores dos limites de resistência ( $\sigma_R^0$ ) e de escoamento ( $\sigma_y^0$ ) das amostras de alumínio-1100 obtidas por metalurgia do pó devem corresponder aos mesmos valores da matriz dos cermets.

Comparando-se os resultados experimentais mostrados nos gráficos das Figuras 23 e 24, com os valores previstos pelos modelos teóricos discutidos no capítulo I, pode-se observar que:

- na temperatura ambiente os valores do limite de resistência são tão compreendidos numa região limitada inferiormente pela equação (3),

$$\frac{\sigma_R}{\sigma_R^0} = 1 - 1,209 f^{2/3},$$

que corresponde à ruptura segundo uma superfície onde é mínima a área da matriz e, superiormente, pela equação (1),

$$\frac{\sigma_R}{\sigma_R^0} = 1 - \mu f,$$

com  $\mu = 1$ , isto é, ruptura segundo superfícies onde a área da matriz corresponde ao seu valor médio. Para baixas frações volumétricas de  $U_3O_8$ , os pontos experimentais praticamente concordam com a equação (3), afastando-se na medida em que se aumenta a concentração de  $U_3O_8$ . Esses desvios podem ser devidos ao fato da equação (3) ter sido obtida considerando-se um arranjo de par

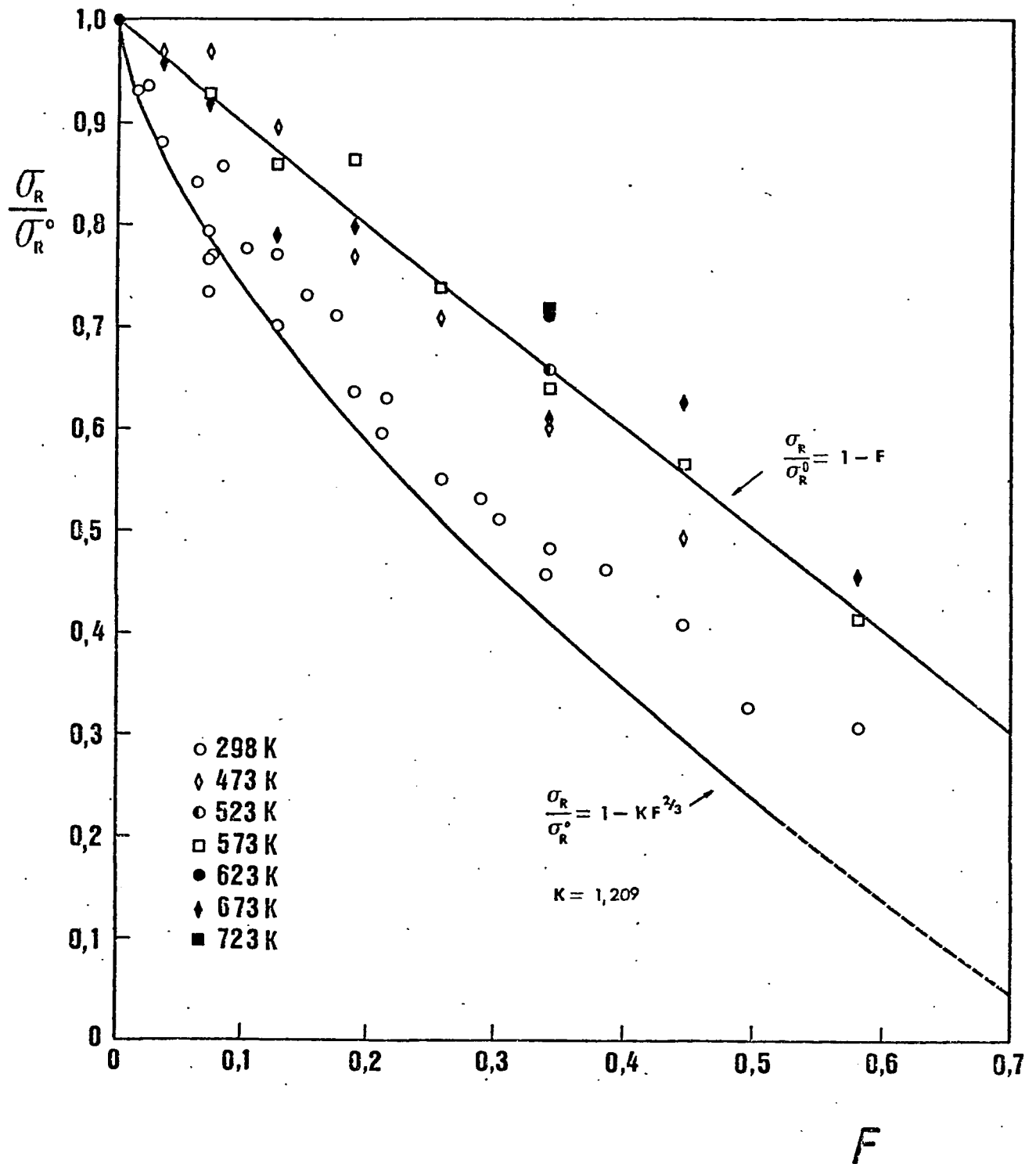


FIGURA 23 - Variação da razão entre o limite de resistência dos cermetos  $U_3O_8$ -Al e o limite de resistência da matriz,  $\frac{\sigma_R}{\sigma_R^0}$ , com a soma das frações volumétricas de  $U_3O_8$  e poros nas temperaturas 298 (T.A.), 473, 573 e 673K.

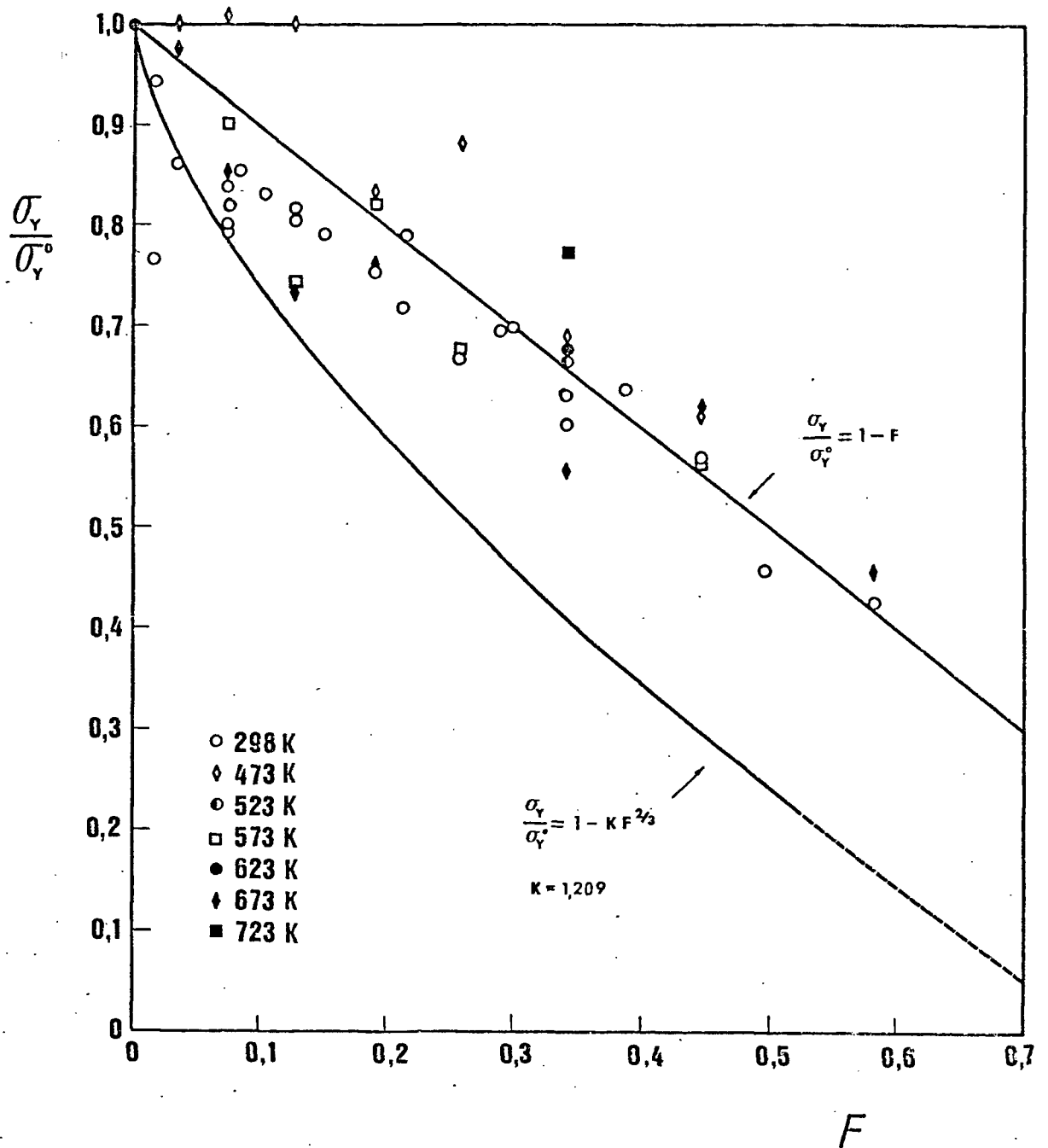


FIGURA 24 - Variação da razão entre o limite de escoamento dos cermet  $U_3O_8$ -Al e o limite de escoamento da matriz,  $\frac{\sigma_y}{\sigma_y^0}$ , com a soma das frações volumétricas de  $U_3O_8$  e poros nas temperaturas 298 (T.A.), 473, 573 e 673K.

tículas com baixo fator de empacotamento como o cúbico simples. As discrepâncias entre o arranjo cúbico, cujo fator de empacotamento máximo é 52,4%, e o real, aumentam com o aumento da concentração de  $U_3O_8$ , fazendo com que os valores previstos sejam menores do que os valores experimentais;

- nas temperaturas 473, 573 e 673K (correspondentes, para o alumínio, às temperaturas homólogas 0,51, 0,61 e 0,72), os valores do limite de resistência apresentam uma dependência linear com a fração volumétrica  $f$ , podendo-se descrevê-los pela equação  $\frac{\sigma_R}{\sigma_O} = 1 - f$  (coeficiente de correlação= 0,975);
- no caso do limite de escoamento, a maior parte dos dados também está compreendida entre as duas equações teóricas, porém há um espalhamento maior dos resultados.

A diferença no comportamento do limite de resistência dos cermets à temperatura ambiente e em temperaturas homólogas (do alumínio) acima de 0,5, pode ser devida aos seguintes fatores:

- Presença de tensões de tração residuais: na temperatura ambiente, os cermets  $U_3O_8$ -Al contém uma quantidade significativa de tensões de tração residuais, introduzidas com o resfriamento após o forjamento, devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmica do alumínio e  $U_3O_8$ . Essas tensões somar-se-iam à tensão aplicada, contribuindo para diminuir o valor medido. A elevação de temperatura produz uma relaxação dessas tensões<sup>2</sup>, minimizando esse efeito.
- Nucleação e crescimento de trincas: na temperatura ambiente pode haver concentração de tensões numa seção onde o volume adjacente de matriz é ligeiramente menor do que o valor médio  $(1-f)$ . Essas tensões podem fazer com que ocorra o aparecimento de trincas e/ou o crescimento de microtrincas já existentes nas interfaces metal-cerâmica ou a partir dos poros contidos nessas interfaces, diminuindo ainda mais a área da matriz nessa seção<sup>27</sup>. Logo, na temperatura ambiente, o limite de resistência é melhor descrito se, ao invés da área média, for considerada a área mínima da matriz numa seção transversal (equação 3), onde é maior a probabilidade de ocorrer concentração de tensões e, conseqüentemente, de ocorrer a nucleação e propagação de trincas. Em altas temperaturas, devido ao aumento de plasticidade da matriz, eventuais con

centrações de tensão podem ser anuladas pela deformação desta nas vizinhanças das partículas de  $U_3O_8$ . Isso faz com que a área da matriz na superfície de fratura, projetada segundo a direção da tensão aplicada, corresponda à área média numa seção transversal (equação 1).

Conforme discutido em I.4, são raras na literatura as referências à dependência linear entre o limite de resistência de cermets ou materiais porosos e a fração volumétrica da fase dispersa e/ou poros, como foi verificado para os cermets  $U_3O_8$ -Al em altas temperaturas. Isto, provavelmente, devido ao fato da maioria dos resultados publicados haver sido obtida à temperatura ambiente<sup>2, 4, 21, 24-32</sup>.

As equações (1) e (3), contudo, apresentam inconvenientes: no caso do limite de resistência, os dados obtidos em temperaturas elevadas são razoavelmente bem descritos pela equação (1) com  $\mu=1$ , mas os dados à temperatura ambiente apenas limitados por (1) e (3); no caso do limite de escoamento, embora a maior parte dos resultados experimentais esteja compreendida entre as equações (1) e (3), nenhuma das duas fornece uma boa descrição do comportamento de  $\sigma_y$ . Em vista disso, a descrição dos resultados pelas equações (1) e (3) não é satisfatória.

Uma descrição mais precisa dos resultados é dada nos gráficos das Figuras 25 e 26, onde são apresentados, respectivamente, os valores do logaritmo do limite de escoamento e do logaritmo do limite de resistência em função da soma das frações volumétricas de  $U_3O_8$  e poros,  $f$ . Observa-se através desses gráficos que, independentemente da temperatura, tanto o limite de escoamento como o limite de resistência dos cermets  $U_3O_8$ -Al podem ser descritos por equações semelhantes à equação (4):

$$\sigma_y(T, f) = \sigma_y^0(T) \exp(-K_y f) \quad (5)$$

$$\sigma_R(T, f) = \sigma_R^0(T) \exp(-K_R f) \quad (6)$$

onde:  $\sigma_y^0(T)$  e  $\sigma_R^0(T)$  correspondem, respectivamente, aos limites de escoamento e de resistência da matriz na temperatura  $T$ ;  $K_y$  e  $K_R$  são constantes.

A equação (4) foi ajustada aos resultados experimentais com o auxílio de um programa do "Statistical Analysis

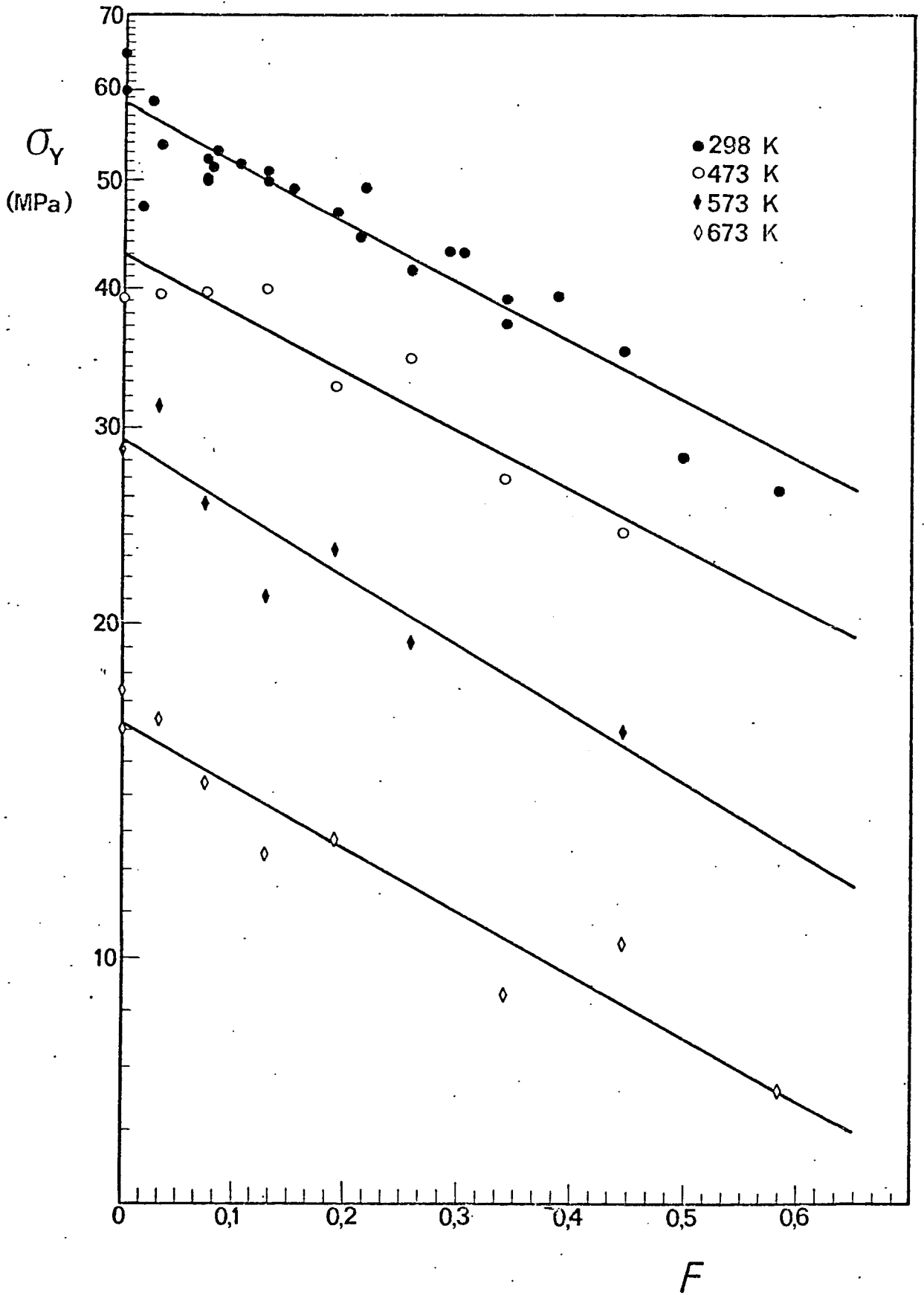


FIGURA 25 - Logarítmo do limite de escoamento dos cermets  $U_3O_8$ -Al ( $\sigma_{0,2}$ ) versus  $f$  (soma da fração volumétrica de  $U_3O_8$  com a porosidade residual).

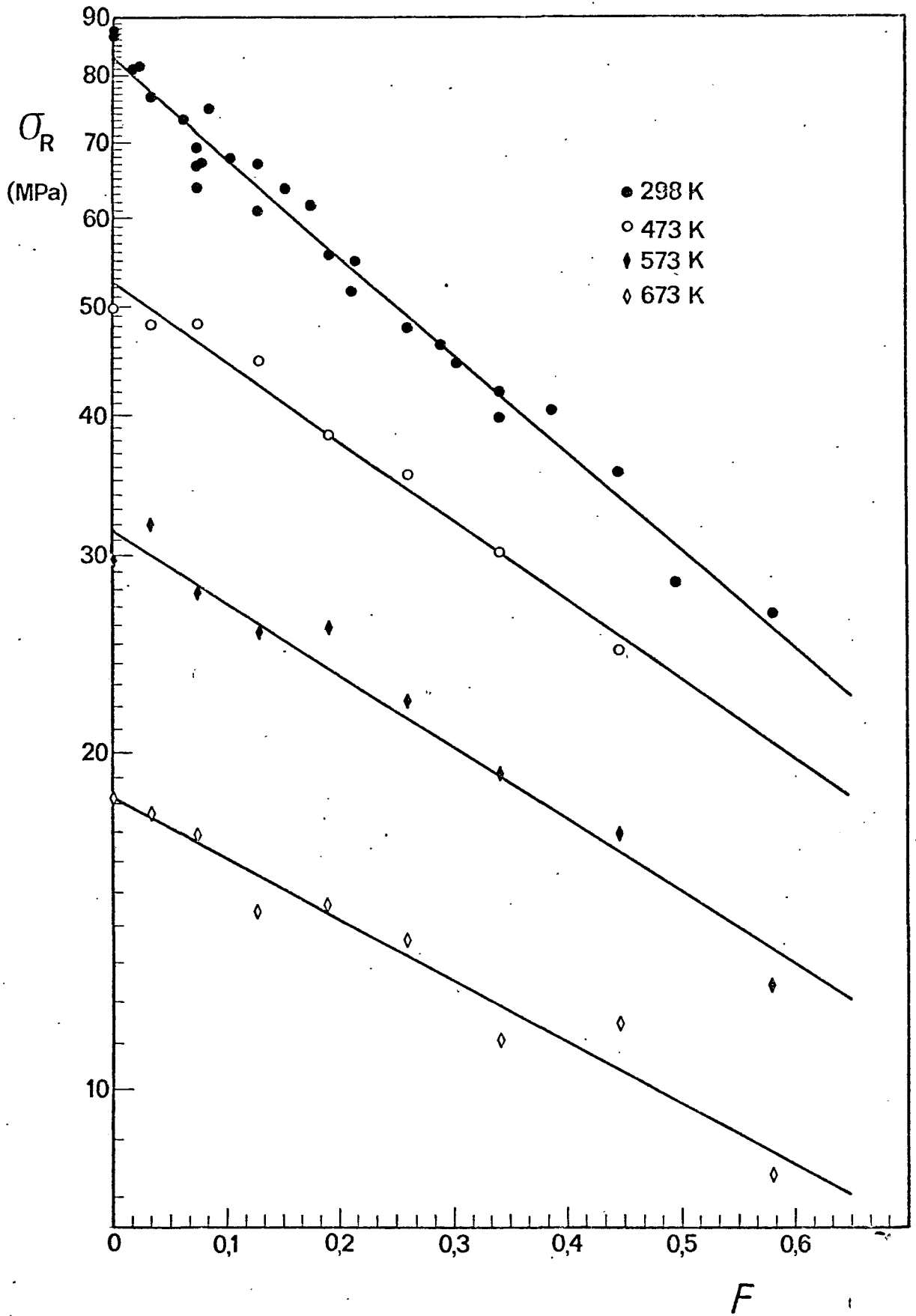


FIGURA 26 - Logarítmo do limite de resistênça dos cermets  $U_3O_8$ -Al versus  $f$  (soma da fração volumétrica de  $U_3O_8$  com a porosidade residual).

TEMPERATURA (K)	$\sigma_y^0$ (MPa)	$K_y$	COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO	$\sigma_R^0$ (MPa)	$K_R$	COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO
298	$56,5 \pm 1,2$	$1,01 \pm 0,10$	0,86	$83,4 \pm 1,2$	$2,03 \pm 0,05$	0,98
473	$42,4 \pm 1,8$	$1,18 \pm 0,17$	0,89	$52,4 \pm 1,2$	$1,63 \pm 0,09$	0,98
573	$29,9 \pm 1,7$	$1,54 \pm 0,19$	0,93	$32,0 \pm 1,0$	$1,53 \pm 0,10$	0,97
673	$16,04 \pm 0,8$	$1,26 \pm 0,15$	0,92	$18,2 \pm 0,6$	$1,26 \pm 0,11$	0,95

TABELA 8 - Valores dos parâmetros  $\sigma_y^0$ ,  $K_y$ ,  $\sigma_R^0$ ,  $K_R$  e coeficientes de correlação obtidos com o ajuste da equação  $\sigma = \sigma_0 \exp(-K_f)$  aos valores experimentais.

System", disponível no CPD/IPEN. Os parâmetros obtidos com esse ajuste, bem como os coeficientes de correlação, para as temperaturas analisadas, são apresentados na Tabela 8.

Analisando-se os valores obtidos para  $K_y$ ,  $K_R$ ,  $\sigma_y^0$  e  $\sigma_R^0$  nota-se que:

- Os valores de  $K_y$  podem ser considerados como praticamente independentes da temperatura.
- Os valores de  $K_R$  diminuem sistematicamente com o aumento da temperatura. Na temperatura ambiente o valor de  $K_R$  é o dobro do valor de  $K_y$ , mas na medida em que a temperatura aumenta, esses valores convergem.
- O decréscimo de  $K_R$  com o aumento da temperatura deve-se à maior sensibilidade do limite de resistência à heterogeneidade na distribuição de  $U_3O_8$ , devido à tensões residuais e à maior possibilidade de nucleação e crescimento de trincas em baixas temperaturas, conforme já discutido.
- Os valores de  $\sigma_y^0$  e  $\sigma_R^0$  obtidos através da regressão (interceptos) praticamente coincidem com os valores de  $\sigma_y$  e  $\sigma_R$  medidos em amostras de alumínio 1100, obtidas por metalurgia do pó, o que justifica o emprego dos últimos nas equações (1) e (3).

Para se testar a influência da quantidade de deformação, além de  $\sigma_{0,2\%}$  foram tomados outros valores da tensão de escoamento, como  $\sigma_{0,5\%}$  e  $\sigma_{1,0\%}$ , verificando-se que a constante K, obtida através da correlação desses valores com a fração volumétrica f, como anteriormente, praticamente não varia com a quantidade de deformação. Os resultados são mostrados na Tabela 9.

TEMPERATURA (K)	DEFORMAÇÃO NOMINAL (%)			L.R. (Deformação variável)
	0,2	0,5	1,0	
298 (TA)	1,03	1,13	1,09	2,03
473	1,18	1,02	0,92	1,63
573	1,54	1,31	1,03	1,53
673	1,28	1,24	1,17	1,26

TABELA 9 - Valores da constante K obtidos pelo ajuste da equação  $\sigma = \sigma_0 \exp(-Kf)$  aos valores da tensão de escoamento para diferentes quantidades de deformação e para o limite de resistência (L.R.).

Os valores de K mostrados na Tabela (9) sugerem que a contribuição à redução da área da matriz na seção transversal, devido à formação e propagação de trincas, aumenta nas proximidades do limite de resistência, uma vez que para deformações menores ou iguais a 1%, os valores obtidos mostram muito pouca variação com a quantidade de deformação, em todas as temperaturas. Além disso, as diferenças entre os valores de K obtidos para as várias tensões de escoamento e os obtidos para o limite de resistência diminuem com o aumento de temperatura. A 673K esses valores são praticamente coincidentes, indicando que a redução da área da matriz pela presença de trincas diminui com a temperatura.

A comparação do valor de  $K_R$  obtido para os cermets  $U_3O_8$ -Al à temperatura ambiente ( $K_R = 2,03$ ) com valores obtidos para outros materiais ( $UO_2$ -aço inoxidável<sup>33</sup>:  $K_R = 3,8$ ;  $UO_2$  e UN<sup>28</sup>:  $K_R = 6,1$  e  $K_R = 5$ ; ferro sinterizado<sup>25</sup>:  $K_R = 4,3$ ), indica que esse parâmetro depende em princípio do material estudado, podendo depender de outros fatores, como por exemplo<sup>2</sup>, do tipo de ensaio (tração, compressão, tração indireta etc.), da distribuição e geometria das partículas dispersas e das propriedades físicas dos materiais constituintes, no caso dos cermets. Para os cermets  $U_3O_8$ -Al, o parâmetro  $K_R$  mostra uma dependência linear com a temperatura, podendo-se expressá-lo pela equação:

$$K_R = 2,61 - 1,98 \times 10^{-3}T \quad (7)$$

onde T é a temperatura absoluta. O coeficiente de T nessa equação, com dimensão de  $K^{-1}$ , provavelmente depende, dentre outros fatores, da diferença entre os coeficientes de expansão térmica do  $U_3O_8$  e Al. Na literatura não se encontram referências às medidas do coeficiente de expansão térmica do  $U_3O_8$ . Porém, supõe-se que esse coeficiente deva ser próximo ao do  $UO_2$ , que apresenta muito pouca variação com a estequiometria. Entre 298 e 1073K, o valor do coeficiente de expansão térmica médio do  $UO_2$ <sup>53</sup> é  $9,9 \times 10^{-6} K^{-1}$ . Para o alumínio 1100, o coeficiente de expansão térmica<sup>54</sup> varia de 23,6 a  $25,6 \times 10^{-6} K^{-1}$ , entre 293 e 573K. Dessa forma, as diferenças sensíveis entre os coeficientes de expansão do  $U_3O_8$  e Al poderiam contribuir para a variação do parâmetro  $K_R$  com a temperatura. A identificação das variáveis envolvidas nesse parâmetro poderia ser feita através de um estudo mais aprofundado das tensões internas

envolvidas, devido às diferenças de coeficientes de expansão térmica da fase dispersa e da matriz, utilizando-se diversos sistemas, além do  $U_3O_8$ -Al.

### III.3 INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DE $U_3O_8$ , POROSIDADE E TEMPERATURA NO ALONGAMENTO ATÉ A RUPTURA DOS CERMETS $U_3O_8$ -Al

Os valores do alongamento até a ruptura dos cermetes  $U_3O_8$ -Al, obtidos através das curvas força-deslocamento, foram corrigidos de acordo com o procedimento descrito em II.2.8, a fim de se eliminar a influência da deformação elástica do sistema que traciona o corpo de prova.

Os gráficos apresentados na Figura 27 ilustram a influência da fração volumétrica de  $U_3O_8$  e poros e da temperatura do ensaio no alongamento até a ruptura dos cermetes.

Em todas as temperaturas as curvas experimentais são caracterizadas por duas regiões distintas. Inicialmente o alongamento até a ruptura decresce rapidamente com o aumento da fração volumétrica de  $U_3O_8$  e poros, até cerca de 25% em volume. A partir daí, o alongamento torna-se pouco sensível ao aumento de concentração, independentemente da temperatura.

Essa mudança de comportamento é melhor visualizada no gráfico da Figura 28 onde é apresentado o logaritmo do alongamento contra a fração volumétrica de  $U_3O_8$  e poros. Esse gráfico mostra de forma mais clara as duas regiões observadas anteriormente. Aparentemente, nas duas regiões a dependência de  $\ln \epsilon_R$  com a fração volumétrica de  $U_3O_8$  e poros é linear. Na primeira, de baixas frações volumétricas, apesar do espalhamento dos resultados, parece haver uma independência do alongamento em relação à temperatura. Na segunda, acima de 25% em volume, pode-se observar a dependência com a temperatura, embora não muito pronunciada.

Como pode ser observado na Figura 28, a dispersão dos valores do alongamento em torno de uma mesma reta, para frações volumétricas menores que 25%, pode ser explicada pela pequena variação que ocorre no alongamento das amostras de alumínio-1100 preparadas por metalurgia do pó. O gráfico da Figura 29 mostra que, da temperatura ambiente até cerca de 573K (300 °C), a variação do alongamento até a ruptura das amostras de alumínio-1100 é muito pequena. Entre 573K e 723K o decréscimo é maior, porém não atinge 30% do valor correspondente à temperatura ambiente.

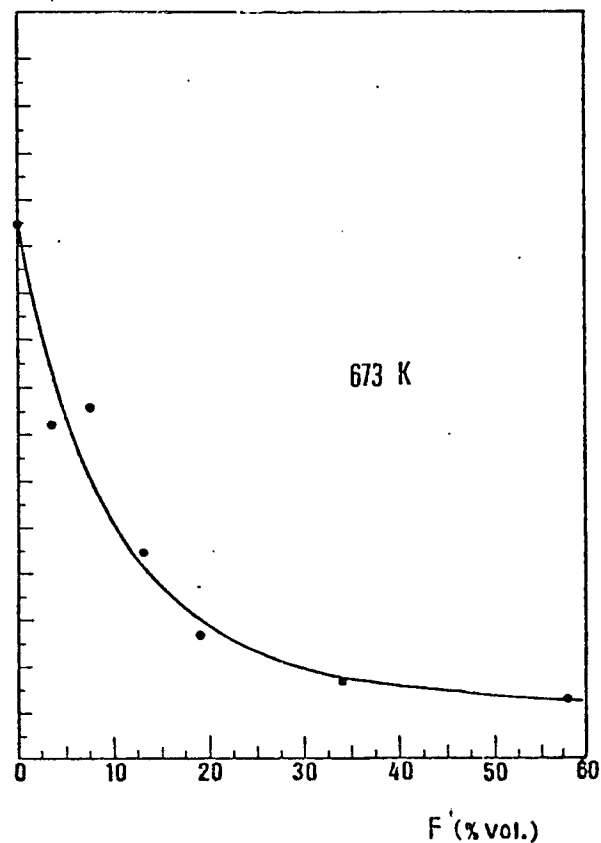
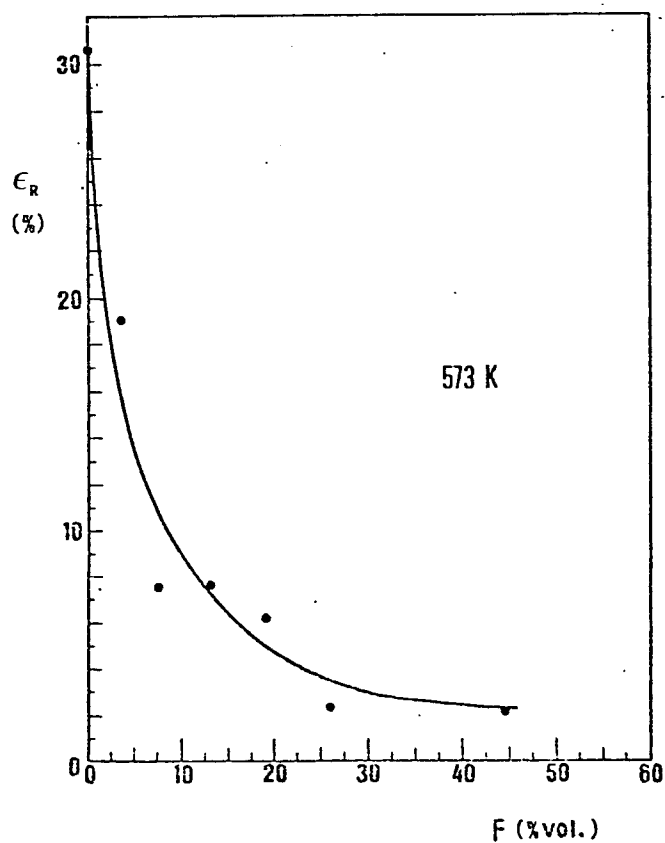
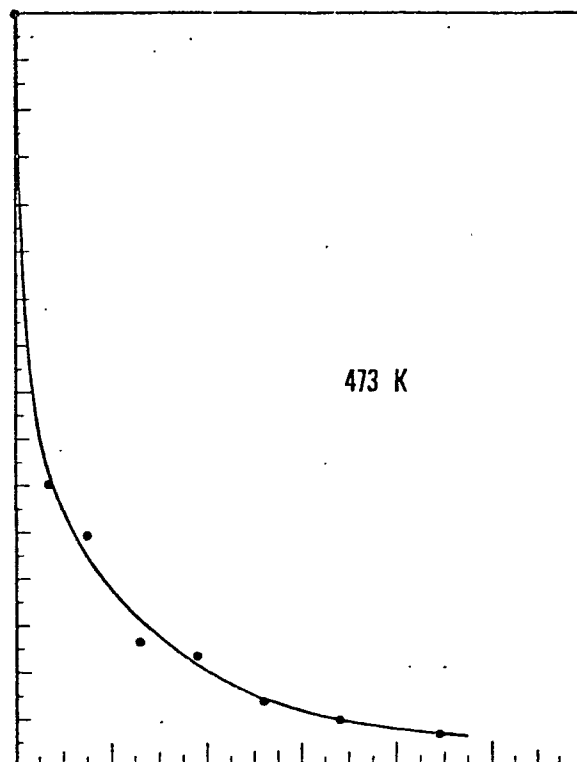
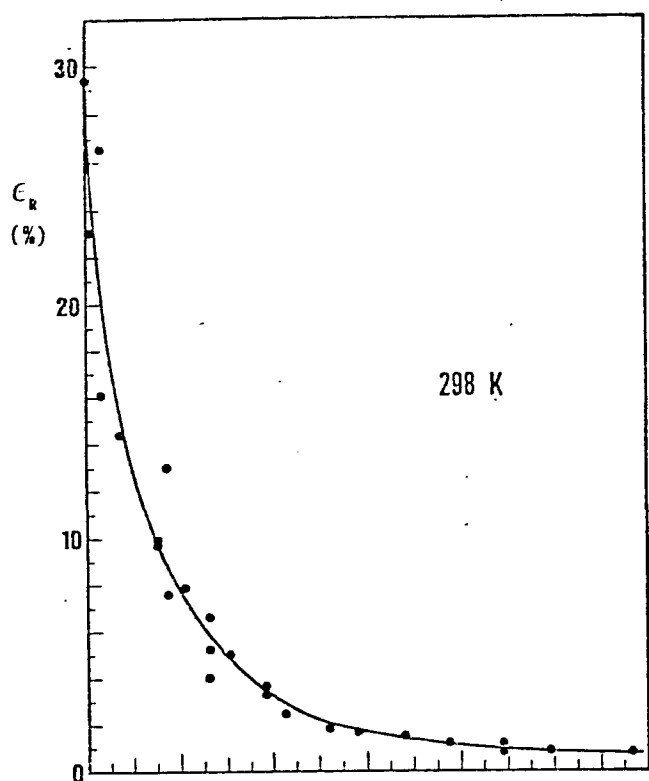


FIGURA 27 - Relação entre o alongamento até a ruptura dos cermetes  $U_3O_8$ -Al ( $\epsilon_R$ ) com a fração volumétrica de  $U_3O_8$  e poros ( $f$ ) na temperatura ambiente, 473, 573 e 673K.

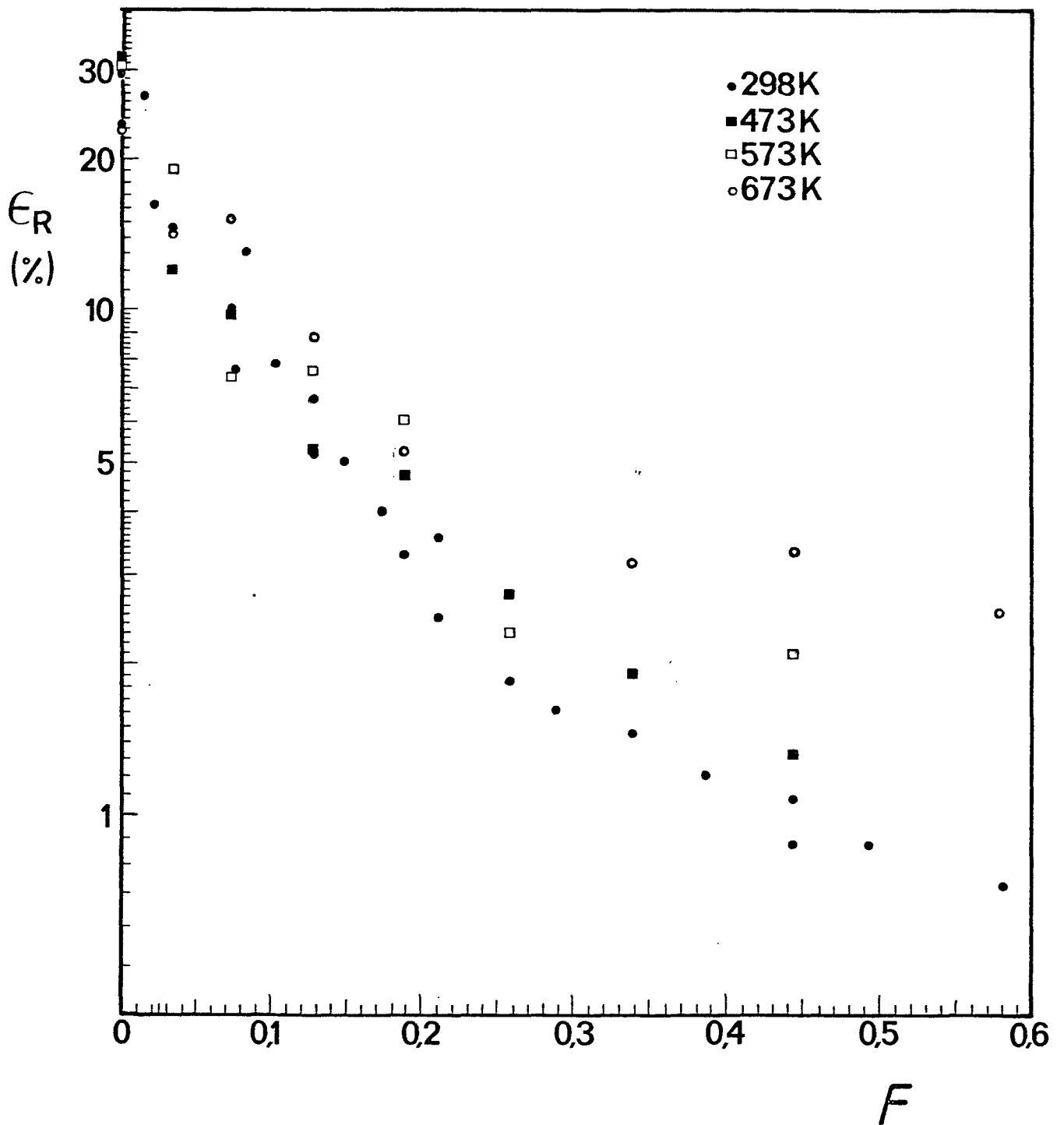


FIGURA 28 - Relação entre o logaritmo do alongamento até a ruptura dos cermet  $U_3O_8$ -Al com a fração volumétrica de  $U_3O_8$  e poros, nas temperaturas ambiente, 473, 573 e 673K.

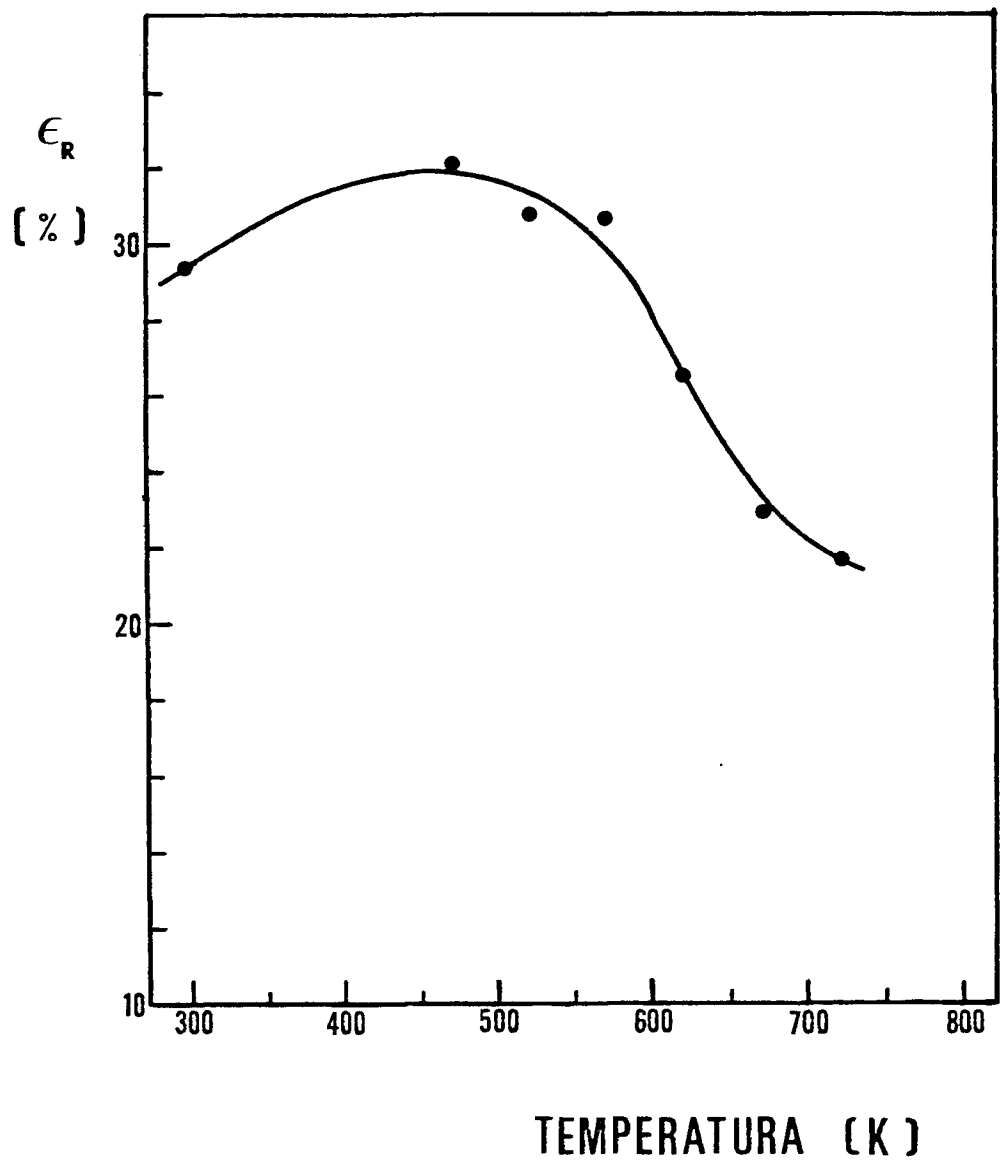


FIGURA 29 - Efeito da temperatura no alongamento até a ruptura de amostras de alumínio-1100, obtidas por metalurgia do pó de acordo com o mesmo procedimento empregado para os cermets  $U_3O_8$ -Al.

Há evidências na literatura de que o alongamento até a ruptura dos cermets depende do volume intersticial<sup>4</sup> ou da distância entre as partículas dispersas<sup>5</sup>. Como o volume e a distância entre as partículas dispersas dependem acentuadamente da fração volumétrica de partículas, é de se esperar também uma variação acentuada do alongamento com a fração volumétrica. Na medida em que a concentração de  $U_3O_8$  vai sendo aumentada, simultaneamente à redução do volume intersticial, ocorre a aglomeração e o alinhamento de partículas na direção longitudinal. Partículas aglomeradas podem ser consideradas como uma partícula de diâmetro maior. Como o volume intersticial depende também do diâmetro das partículas, em altas concentrações de  $U_3O_8$  a aglomeração contribuirá para aumentar o volume intersticial, contrapondo-se à sua redução pelo aumento da fração volumétrica. A competição entre esses dois efeitos resulta na diminuição da razão com que o volume intersticial de cresce ao se aumentar a fração volumétrica de  $U_3O_8$  e, consequentemente, na redução da razão com que decresce o alongamento acima de 25% em volume.

Na segunda região aparentemente há um comportamento anômalo do alongamento em relação à temperatura. Como pode ser observado na Figura 29, o alongamento do alumínio 1100 decresce a partir de 473K. Porém, vê-se na Figura 28 que, para uma dada composição, o mesmo não ocorre com o alongamento dos cermets, que aumenta sistematicamente com a elevação da temperatura. Esse comportamento poderia ser explicado pelo alívio das tensões residuais presentes na matriz devido ao aumento da temperatura. Esse alívio seria proporcionalmente maior na segunda região, dada a maior magnitude das tensões residuais, em virtude da maior quantidade contida de  $U_3O_8$  e isso seria refletido no maior alongamento dos cermets nessa faixa de concentrações.

## CAPÍTULO IV

## CONCLUSÕES

1. A técnica do forjamento rotativo permite a fabricação de cermets  $U_3O_8$ -Al com altas concentrações de  $U_3O_8$  (até 80% em peso de  $U_3O_8$ ) e reduzidos efeitos direcionais.
2. Na fabricação de cermets  $U_3O_8$ -Al por técnicas de metalurgia do pó, os fatores relevantes a serem considerados são:
  - as distribuições dos tamanhos de partícula dos pós de alumínio e  $U_3O_8$ , por exercerem influência no processo de mistura desses pós e, portanto, na homogeneidade da dispersão do  $U_3O_8$  no alumínio;
  - a densidade das partículas de  $U_3O_8$ , que determina sua resistência à compressão e influi na densidade dos cermets;
  - a área específica das partículas de  $U_3O_8$  (determinada pela morfologia, características superficiais e distribuição dos tamanhos de partícula), que influi no processo de mistura, de compactação e na reatividade entre o  $U_3O_8$  e o alumínio.
3. Os cermets  $U_3O_8$ -Al apresentam um caráter essencialmente metálico quando deformados pela ação de tensões de tração, isto é, as curvas tensão-deformação dos cermets  $U_3O_8$ -Al são semelhantes às curvas tensão-deformação do alumínio, sendo caracterizadas por uma região inicial onde a tensão aplicada é diretamente proporcional à deformação, seguida de uma região onde a taxa de encruamento,  $d\sigma/d\epsilon$ , decresce até a ruptura da amostra.
4. O efeito da fase cerâmica descontínua ( $U_3O_8$ ) na resistência à tração dos cermets  $U_3O_8$ -Al, consiste basicamente na redução provocada pelas partículas de  $U_3O_8$  na área da fase contínua (Al), em seções transversais à direção da força de tração. Essa influência é análoga à dos poros na resistência mecânica de metais sinterizados e materiais cerâmicos, exceto pelo fato das partículas de  $U_3O_8$  manterem sua forma durante o processo

de deformação plástica, ao contrário dos poros, que se alongam segundo a direção da tensão aplicada. Em consequência, a variação da resistência à tração dos cermetes  $U_3O_8$ -Al pode ser explicada pela variação da área da matriz nas seções transversais à direção da tensão aplicada.

5. O limite de resistência à tração e o limite de escoamento dos cermetes  $U_3O_8$ -Al decrescem com o aumento da fração volumétrica de  $U_3O_8$  e da porosidade segundo as equações

$$\sigma_R = \sigma_R^0 \exp(-K_R f)$$

$$\sigma_y = \sigma_y^0 \exp(-K_y f),$$

onde:  $\sigma_R^0$  e  $\sigma_y^0$  são, respectivamente, o limite de resistência à tração e o limite de escoamento do alumínio 1100 na temperatura do ensaio;  $f$  é a soma das frações volumétricas de  $U_3O_8$  e poros;  $K_y$  e  $K_R$  são constantes.  $K_y$  praticamente não depende da temperatura.  $K_R$  diminui com o aumento da temperatura. Tomando-se outras tensões de escoamento, além de  $\sigma_y$ , observa-se que o parâmetro  $K$  se mantém constante com a quantidade de deformação e com a temperatura.

6. O alongamento até a ruptura dos cermetes  $U_3O_8$ -Al,  $\epsilon_R$ , varia com a fração volumétrica segundo duas regiões distintas. Na primeira região, entre 0 e cerca de 25% em volume de  $U_3O_8$  e poros,  $\epsilon_R$  praticamente não depende da temperatura, diminuindo acentuadamente com o aumento da fração volumétrica. Na segunda, acima de 25% em volume, a dependência de  $\epsilon_R$  com a temperatura é mais nítida e a dependência com a fração volumétrica é bem menos acentuada do que na primeira região. A fraca dependência de  $\epsilon_R$  com a temperatura, na primeira região, pode ser atribuída à pequena variação com a temperatura, que ocorre no alongamento de amostras de alumínio-1100 preparadas por metalurgia do pó. A mudança de comportamento a partir de 25% em volume de  $U_3O_8$  e poros, pode ser atribuída às mudanças no arranjo das partículas de  $U_3O_8$  na matriz, de forma que o volume

intersticial ou a distância entre as partículas sejam reduzidos em menor proporção com o aumento da fração volumétrica de  $U_3O_8$ . Dessa forma o alongamento será reduzido também em menor proporção do que na primeira região, uma vez que é proporcional à distância entre as partículas.

7. O conhecimento da resistência mecânica dos cermets  $U_3O_8$ -Al pode ser utilizado como um indicador do potencial de irradiação desses cermets (máxima densidade de fissão), pois a resistência mecânica depende do grau de densificação do cermet e da distribuição das partículas de  $U_3O_8$ , fatores dos quais também depende a estabilidade dos cermets sob irradiação.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Verificar, através de ensaios de irradiação, se a influência da densidade de fissão nas propriedades mecânicas dos cermets  $U_3O_8$ -Al pode ser descrita em termos da variação da fração volumétrica da matriz devido às interações entre as fases e aos danos produzidos pela irradiação, utilizando expressões análogas às expressões (5) e (6), obtidas variando-se a fração volumétrica da matriz pelo aumento da concentração de  $U_3O_8$ .
2. Analisar a influência da taxa de deformação no limite de escoamento, limite de resistência e alongamento até a ruptura dos cermets  $U_3O_8$ -Al.

## APÊNDICE

RELAÇÕES ÚTEIS ENTRE AS QUANTIDADES DAS FASES E  
SUAS DENSIDADES, NOS CERMETS  $U_3O_8$ -Al

1. Densidade teórica ( $d_t$ ) - A densidade teórica de um cermet cuja concentração em peso de  $U_3O_8$  é  $x$ , é dada por:

$$d_t = \frac{1}{\frac{1-x}{\rho_{Al}} + \frac{x}{\rho_{U_3O_8}}}, \quad A(1)$$

onde  $\rho_{Al}$  é a densidade da liga de alumínio utilizada na dispersão e  $\rho_{U_3O_8}$  é a densidade dos cristais de  $U_3O_8$ , igual a  $8,4 \text{ g/cm}^3$ .

2. Porosidade (P) - Qualquer que seja o método empregado na fabricação de dispersões  $U_3O_8$ -Al, observa-se que há aumento de porosidade<sup>9, 12</sup> quando se aumenta a concentração de  $U_3O_8$ . A porosidade é determinada por:

$$P = 1 - \frac{d}{d_t} \quad A(2)$$

onde  $d$  é a densidade aparente do cermet ( $d = \text{massa de sólidos} / (\text{volume de sólidos} + \text{volume de poros})$ ).

3. Fração volumétrica de  $U_3O_8$  - Considerando-se três fases presentes -  $U_3O_8$ , Al e poros - a fração volumétrica de  $U_3O_8$  é calculada por:

$$f_{U_3O_8}^V = \frac{x \cdot d}{\rho_{U_3O_8}} \quad A(3)$$

A expressão (3) pode ser escrita levando em consideração a expressão (2), da seguinte forma:

$$f_{U_3O_8}^V = \frac{1 - P}{1 + \frac{\rho_{U_3O_8}}{\rho_{Al}} \left( \frac{W_u^D}{W_u} - 1 \right)}, \quad A(4)$$

onde  $W_u^D$  e  $W_u$  são, respectivamente, a fração em peso de urânio na fase dispersa ( $U_3O_8$ ) e a fração em peso de urânio na dispersão ( $U_3O_8-Al$ ), sendo  $W_u = xW_u^D$ .

4. Densidade de urânio na dispersão ( $\rho_u$ ) - uma outra relação importante é a utilizada para a determinação da densidade de urânio na dispersão (gramas de urânio por volume de dispersão), que pode ser escrita como:

$$\rho_u = x \cdot W_u^D \cdot d \quad A(5)$$

ou, levando-se em conta a fração volumétrica de  $U_3O_8$ , como:

$$\rho_u = W_u^D \cdot \rho_{U_3O_8} \cdot f_{U_3O_8}^V \quad A(6)$$

## BIBLIOGRAFIA

1. TINKLEPAUGH, J.R. & CRANDALL, W.B. eds. Cermets. New York, NY, Reinhold, 1960.
2. PETZOW, G.; CLAUSSEN, N.; EXNER, H.E. Structure and Properties of Cermets. Argonne, IL., Argonne National Lab., 1968. (ANL-Trans.-735).
3. ONDRACEK, G.; SPLICHAL, K. Cermets in Zustandsdiagrammen Ber. Dt. Keram. Ges., 48:343-54, 1971.
4. COPE, L.H. The Mechanical Properties of Nuclear Cermets. Metalurgia, 72:65-77, 1965.
5. BUTCHER, B.R. & COPE, L.H. The Elongation to Fracture of Unbonded Cermets. Int. J. Powder Met., 4(4):49-57, 1968.
6. SAMOILOV, A.G.; KASHTANOV, A.I.; VOLKOV, V.S. Dispersion Fuel Nuclear Reactor Elements. Jerusalem IPST, 1968.
7. HOLDEN, A.N. Dispersion Fuel Element. New York, N.Y., Gordon & Breach, 1967.
8. CINTRA, S.H.L.; GENTILE, E.F.; NISHIOKA, I.; ABRÃO, M.A.S. ; AMBROSIO FILHO, F. Análises de Variáveis no Processo de Fabricação de Placas com Núcleo de Al-U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, Jan.1970. (IEA-Pub.-203).
9. MARTIN, M.M.; RICHT, A.E.; MARTIN, W.R. Irradiation Behavior of Aluminium-Base Fuel Dispersions. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab., May 1973. (ORNL 4856).
10. STAHL, D. Low Enrichment Fuel Development Program. In: Proceedings of International Meeting of Research Reactors Fuel Designers, Developers and Fabricators held in Argonne, Illinois, 9-19 November, 1978.
11. BINFORD, F.T. & KNIGHT, R.W. The use of U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-Al cermet Fuel in research reactors. Trans. Am. Nucl. Soc., 27:834-5, 1977.
12. COPELAND, G.L. & MARTIN, M.M. Fabrication of high uranium loaded U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-Al development fuel plates. In: Development, fabrication and application of reduced-enriched fuels for research and test reactors: proceedings of an international meeting on. Held in Argonne, Illinois, 12-14 november 1980. s.p. (CONF-801144-2).

13. ONDRACEK, G. & PATRASSI, E. Die Instabile Cermetkombination triuranoktaoxid-aluminium (Reaktionsverhalten und eigenschaften von  $U_3O_8$ -Al cermets. Ber. Dt. Keram..Ges. 45: 617-21, 1968.
14. US contribution to the IAEA guidebook on the safety and licensing aspects of research reactor core conversions from HEU to LEU fuels. Argonne, Ill., Argonne National Lab., 1981. (Appendix A, Draft 2).
15. WILLIAMS, R.K. & GRAVES, R.S. Thermal conductivity measurements on 6061 Al clad  $U_3O_8$ -Al fuel plates. In: Development fabrication and application of reduced-enriched fuels for research and test reactors: proceed on... held in Argonne, Ill. 12-44 november 1980. s.p. (CONF-801144).
16. FLEMING, J.D. & JOHNSON, J.W. Exothermic reactions in Al- $U_3O_8$  composites. In: USAEC. Research reactors fuel element: proceedings of a Conference... held in Gatlinburg, Tn., 17-19 September 1962. p.649-66. (TID-7642).
17. PASTO, A.E.; COPELAND, G.L.; MARTIN, M.M. A quantitative differential Thermal Analysis Study of the  $U_3O_8$ -Al thermite reaction. Oak Ridge, In., Oak Ridge National Lab., June 1980. (ORNL-5659).
18. TRAVELLI, A. Current status of the RETR program. In: Development fabrication and application of reduced-enriched fuels for research and test reactors: proceedings of an held in Argonne. Ill, 12-14 November 1980. s.p. (CONF-801144).
19. THAMM, G. Irradiation tests of fuel and fuel elements. In: Development fabrication and application of reduced enriched fuels for research and test reactors: proceedings of an international meeting on... held in Argonne, Ill., 12-14 November, 1980. s.p. (CONF-801144).
20. BALSHIN, M.Y. Relation of mechanical properties of powder metals and their porosity and the ultimate properties of porous metal-ceramic materials. Doklady Akad. Sci. USSR. , 67(5):831-4, 1949 apud COPE, L.H. The mechanical properties of nuclear cermets. Metallurgia 72(4):49-57, 1968.
21. RISHKEVITCH, E. Compression strength of porous sintered alumina and zirconia. J.Am.Ceramic Soc., 36(2):65-8, 1953.

22. KNUDSEN, F.P. Dependence of Mechanical Strength on porosity and grain size. J.Am.Ceram.Soc., 42(8):376, 1959.
23. HROVAT, M.F.; HUSCHKA, H.; KOCH, K.H.; NAZARE, S.; ONDRACEK, G. Status of fuel element technology for plate type dispersion fuels with high uranium density. In. Development fabrication and application of reduced enriched fuels for research and test reactors, proceedings of an international meeting on.. held in Argonne, Ill., 12-44 november 1980. s.p. (CONF-801144).
24. EUDIER, M. The mechanical properties of sintered low-alloy steels. Powder Met., 9:278-90, 1962.
25. SALAK, A.; MISKOVIC, V.; DUDROVA, E.; RUDNAIOVA, E. The Dependence of mechanical properties of sintered iron compacts upon porosity. Powder Met. Intl., 6(3), 128-32, 1974.
26. ISHIMARU, Y.; YAMAGUCHI, T.; SAITO, Y.; NISHINO, Y. Properties of forged P/M ferrous alloys. Powder Met. Intl., 3(3):126-9, 1971.
27. EXNER, H.E. & POHL, D. Fracture behavior of sintered iron. Powder Met. Intl., 10(4):193-6, 1978.
28. CLAUSSEN, N. Zur untersuchungen der mechanischen Eigenschaften von Keramischen und Metallkeramischen Reaktorwerkstoffen. Stuttgart, Max-Planck Institut für Metallforschung-Institut für Sondermetalle, Mär. 1968. (BMwF-FB K-68-24).
29. DE HOFF, R.T.; GILLARD, J.P. Relationship between micro structure and mechanical properties in sintered copper. Modern Developments in Powder Metallurgy, vol. 4, Hausner, H.H. editor) Plenum, New York, NY, 1971, p.281-90.
30. WALDRON, M.B. The production of cermets containing a relative ly large amount of dispersed phase. Powder Met. 10(20):288-306, 1967.
31. McADAM, G.D. The mechanical properties of cermets with a mettalic matrix. Powder Met., 10(20):307-17, 1967.
32. PISARENKO, G.S.; RUDENKO, V.N.; TRETYACHENKO, G.N.; TROSCHCENKO, V.T. High Temperature Strengtn of Materials. Jerusalem, IPST, 1969. p.124-40.

33. ARTHUR, G. & COULSON, J.A. Physical properties of  $UO_2$ -Stainless steel cermets. J.Nucl.Mat., 13:242-53, 1964.
34. PEACOCK, H.B. Coextrusion of 60 to 80 wt.% nuclear fuels elements. In: Development fabrication and application of reduced-enriched fuels for research and test reactors; proceedings of an international meeting on..., held in Argonne, Ill. 12-14 november 1980. s.p. (CONF-801144).
35. SILVA, C.P.; CARVALHINHOS, H.; SAMPAIO, A.O. Técnicas de Preparação de cermets  $UO_2$ -nióbio (ou molibdênio). Sacavém, Laboratório de Física e Engenharia Nucleares, 1969. ( LFEN-NI.53α ).
36. CAPOCHI, J.D.T.; CINTRA, S.H.L.; GENTILE, E.F. Estudo de fabricação de combustíveis planos com núcleos de cermets de 65%  $U_3O_8$ -35% Al revestidos com liga de alumínio. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, dez. 1968. (IEA-pub-178).
37. New developments in fabrication of aluminium precision parts by powder metallurgy. Powder Met.Int. 2(1):23-4, 1970. (Technical note).
38. WINTERBERG, F. Presses and compacting techniques in powder metallurgy. Powder Met.Int., 1(1):29-32, 1969.
39. ROESEL, R.E. Aluminium powder metallurgy production, properties and potential. Powder Met.Int. 5(2):89-92, 1973.
40. KOCZAK, M.J.; DOWNEY, C.L.; KUHN, H.A. Structure/property correlations of aluminium and nickel steel preform forgings. Powder Met.Int., 6(1):13-6, 1974.
41. EL SABBAGH, A.S. Mechanical properties of extruded aluminium powder as a function of particle size and shape. Powder Met.Int., 7(2):97-100, 1975.
42. GUTMANAS, E.Y. & RABINKIN, A. Cold sintering under high pressure. Scripta Met., 13:11-5, 1979.
43. LEITTEN, D.O. Characterization of  $U_3O_8$  dispersions in aluminium. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab., 1967. (ORNL-TM-1962).
44. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standards test methods for chemical, mass spectrometric and spectrochemical analysis of, and physical tests on beryllium oxide powder

- (ASTM C 699-79). In: 1980 annual book of ASTM standards, part 45: Nuclear Standards. p. 354-87.
45. FAN, L.T., CHEN, S.J.; WATSON, C.A. Solids Mixing. Ind. Eng. Chem., 62(7):53-69, 1970.
  46. NEUBING, H.C. Production and properties of aluminium powder for powder metallurgy. Powder Met.Int., 13(2):74-8, 1981.
  47. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS Standard test method for compressibility of metal powders in uniaxial compaction. (ASTM B 331-79). In: 1980 annual book of ASTM standards, part 9: electrodeposited coatings, metal powders, sintered P/M structural parts. p.159-61.
  48. WERNER, W.J. & BARKMAN, J.R. Characterization and production of  $U_3O_8$  for the high flux isotope reactor. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab.; Apr.1967. (ORNL-4052).
  49. PAPROCKI, S.J.; KELLER, D.L.; CUNNINGHAM, G.L.; KIZER, D.E. Preparation and properties of  $UO_2$  cermet fuels. Columbus, Ohio, Batelle Memorial Institute, 1960. (BMI-1487).
  50. GUTMANAS, E.Y. High Pressure compaction and cold sintering of stainless steel powders. Powder Met.Int., 12(4):178-82, 1980.
  51. NAZARÉ, S.; ONDRACEK, G.; THUMMLER, F. Die technologie von cermets. High Temp. High Press., 3(6):615-34, 1971
  52. FIGUEREDO, A.M. & FERREIRA, I. Comportamento Mecânico de Cermets  $U_3O_8$ -Al. In: Associação Brasileira de Metais: Anais do 36º Congresso Anual. Recife, PE, 5-10 julho 1981. Vol.3.
  53. VAUGHAN, D.A.; BRIDGE, J.R.; SCHWARTZ, C.M. Comparison of active and inactive uranium dioxide systems, Dec.1957 (BMI-1241). Apud Belle, J.(editor), Uranium Dioxide: properties and nuclear applications. Washington, D.C., 1961. p.668.
  54. AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals Handbook 8<sup>th</sup> ed. vol.1 Properties and selection. Ohio, Metals Park, 1972. p.936.