COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR / SÃO PAULO INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES SECRETARIA DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

## APLICAÇÃO DE TÉCNICAS ULTRA-SÔNICAS NO ESTUDO DE EFEITOS DE IRRADIAÇÃO EM CIMENTO PORTLAND COMUM DE FABRICAÇÃO NACIONAL

## MANOEL HENRIQUE CINTRA GABARRA

Dissertação apresentada à Comissão Nacional de Energia Nuclear/São Paulo -Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares como parte dos requisitos para obtenção do Grau de "Mestre na Área Concentração em Restores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustívei Nuclear".

Orientador: Dr. Georgi Lucid

São Paulo 1983 COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR / SÃO PAULO INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES SECRETARIA DA INDÚSTRIA COMÉRCIO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

# APLICAÇÃO DE TÉCNICAS ULTRA-SÓNICAS NO ESTUDO DE EFEITOS DE IRRADIAÇÃO EM CIMENTO PORTLAND COMUM DE FABRICAÇÃO NACIONAL

Mangel Henrique Cintra Gabarra

Dissertação apresentada à Comissão Nacional de Energia Nuclear/São Paulo — Instituto de Pasquisas Energáticas 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. Georgi Lucki

෩

Ŷ

SÃO PAULO -- BRASIL 1983 -

-

•

À MEUS PAIS

:

:

i

#### AGRADECIMENTOS

- Ao Dr. Georgi Lucki, pela orientação, estímulo e compreensão.
- Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, que possibilitou a realização deste trabalho.
- Ao Dr. José Antônio Diaz Diegues, pelo apoio indispen sável à concretização do trabalho.
- Aos colegas do, "CARREI", "REATOR", "CPRD", "CPD",
   "CEN" e "IPT", pela valiosa colaboração prestada.
- As bibliotecas do IPEN, IPT, ABCP e EPUSP.
- A Lourdes, que datilografou o manuscrito.
- À todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

<u>TÎTULO:</u> Aplicação de Técnicas Ultra-sônicas no Estudo de Efeitos de Irradiação em Cimento Portland Comum de Fabric<u>a</u> ção Nacional.

NOME: MANOEL HENRIQUE CINTRA GABARRA

#### RESUMO

O presente trabalho estuda os Efeitos de Irradiação com neutrons rápidos (E = 1 MeV) em amostras de cimento Porland utilizando as técnicas ultra-sónicas de Frequência de Res sonância e Velocidade de Pulso, Um programa de ENSAIOS sob forma de matriz 6 x 5 foi desenvolvido com objetivo de se avaliar a influência da umidade, temperatura e irradiação sobre as amostras. As irradiações foram realizadas no caroço do reator de pesquisas IEA-RI com fluxo instantâneo da ordem de 5 x  $10^{12}$  n/cm<sup>2</sup> na temperatura de 170<sup>0</sup>C devida ao aquecimento gama. Os resultados obtidos mostram que para o fluxo integrado ao qual foram submetidas as amostras (~ 10<sup>17</sup> nvt), os efeitos da temperatura são maiores que os da irradiação. Estudos específicos quanto à aparelhagem, ativação das amostras, dispositi vos de segurança e efeitos de temperatura no cimento são apresentados nos apêndices.

<u>TITLE</u>: The Use of Ultrasonic Techniques for the Study of Irradiation Effects on Portland Cement of Local Production. NAME: MANOEL HENRIQUE CINTRA GABARRA

#### ABSTRACT

In this work the effects of fast neutron irradiation (E = 1 MeV) on portland cement samples using the ultrasonic techniques of Resonance Frequency and Pulse Velocity are studied. Α testing program within a matricial 6 x 5 framework was developed to estimate the influence of humidity, temperature and irradiation on the samples. The sample irradiation was performed inside IEA-R1 reactor core at gama heating temperature of 170°C and instant flux of 5 x  $10^{12}$  n/cm<sup>2</sup>. For integrated flux  $\emptyset \approx 10^{17}$  nvt the results show no significant influence of irradiation when compared with the influence of temperature. Specific studies regarding the intrumentation, sample activation, safety devices and temperature effects on cement are presented in the appendixes.

### INDICE

# 1 - INTRODUÇÃO

é

### 1.1. EFEITOS DE IRRADIAÇÃO

1.1.1.	Vaso de Pressão de Concreto Protendido	1
1,1,2,	Absorção da Radiação no Concreto	3
1.1.3.	Danos de Radiação em Materiais	6
1.1.4.	Objetivos do Trabalho	8

Pag.

### 1.2. QUÍMICA DO CIMENTO

1.2.1.	Principais Componentes	11
1.2.2.	Estrutura Química Cristalina	14
1.2.3.	Micro Estrutura da Pasta	15

### 1.3. TÉCNICAS ULTRA-SÔNICAS

1.3.1. Características Fundamentais	18
1.3.2. Relações Básicas	20
1.3.3. Técnicas de Frequência de Ressonância	21
1,3,4, Técnicas de Propagação de Pulso	23
1.3.5. Propriedades Dinámicas	25

### II - DESCRIÇÃO DO TRABALHO EXPERIMENTAL

### 2.1. PREPARO DOS CORPOS DE PROVA (AMOSTRAS)

2.1.1. Cimento Utilizado	27
2.1.2. Moldagem e Cura das Amostras	28
2.1.3. Representatividade dos Lotes	29

2.2. MONTAGEM UTILIZADA NOS ENSAIOS

Ô.

di.

		2.2.1. Descrição da Aparelhagem	31
		2.2.2. Testes de Reprodutibilidade	32
		2.2.3. Sistemas de Segurança	32
	2.	3. <u>ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO</u>	
		2.3.1. Descrição do Ensaio	32
		2.3.2. Programa de Ensaios	36
		2.3.3. Tabela de Resultados	39
	2.	4. <u>DISPOSITIVO DE IRRADIAÇÃO</u>	
		2.4.1. Descrição dos Elementos	41
		2.4.2. Instalação das Amostras no Dispositivo	45
		2.4.3. Posicionamento das Amostras no Caroço	47
	2,	5. IRRADIAÇÃO DAS AMOSTRAS	
		2.5.1. Tempo de Irradiação	50
		2.5.2. Irradiação das Amostras	51
		2.5.3. Temperatura de Irradiação	51
111	- <u>RE</u>	SULTADOS EXPERIMENTAIS	
	3.	1. CÁLCULO DOS RESULTADOS	

3.1.1. Entrada de Dados	52
3.1.2. Operações	52
3.1.3. Tabela de Resultados	53

NSTITUTION CONTRACTOR CONTRA

3.2.	DIAGRAMAS DE COMPORTAMENTO	53
	3.2.1. Médias e Desvio Padrão	54
	3.2.2. Superposição dos TIPOS	54
	3.2.3. Características Interdependentes	54
	3.2.4. Superposição de Características	
	Interdependentes	54
	3.2.5. Dados Emparelhados	55
	3.2.6. Convenção de Traços Empregada	55
3.3.	ANĂLISE DE PROPAGAÇÃO DE ERRO	55
3.4.	INFLUENCIA DA_DOSE ATINGIDA	56
IV - <u>INTE</u>	RPRETAÇÃO DOS RESULTADOS	
. 4.1.	DADOS EMPARELHADOS	
	4.1.1. Frequência de Ressonância	60
	4.1.2. Velocidade de Pulso	62
4.2.	DADOS NÃO EMPARELHADOS	
	4.2.1. Volume	64
	4.2.2. Porcentagem de Água Evaporada	66
	4.2.3. Peso Específico	6 <del>9</del>
	4.2.4. Frequência de Ressonância	72
	4.2.5. Velocidade de Pulso	74
	4.2.6. Relação entre Velocidade de Pu <u>l</u>	
	so e Peso específico	77

-

, ¢

•

4.2.7. Relação entre Frequência de	
Ressonância Medida e Frequên-	
cia de Ressonância Calculada	
4.2.8. Correlação entre Velocidade	
de Pulso e Peso Específico	81
4.2.9. Correlação entre Frequência	
de Ressonância e Peso Especí-	
fico	83
4.2.10. Correlação entre Frequência	
de Ressonância e Velocidade	
de Pulso	83
4.2.11. Módulo de elasticidade Dimámico	86
V - <u>CONCLUSÃO E SUGESTÕES</u>	
5.1. <u>EFEITOS DE IRRADIAÇÃO</u>	89
5.2. TĒCNICAS ULTRA-SONICAS	
5.2.1. Técnica de Frequência de	
Ressonância	
5.2.2. Técnica de Velocidade de	
Pulso	90
5.3. <u>CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES</u>	
PARA FUTUROS TRABALHOS	
5.3.1. Objetivos Propostos	91
5.3.2. Sugestões para Futuros	
Trabalhos	92

æ

6 - APENDICE

Þ

Ŧ

APENDICE	pag.
1. Ensaios Preliminares	95
2. Irradiação Protótipo	111
3. Sistemas de Segurança	122
4. Efeitos Térmicos	137
5. Cálculo de Propagação de Erro	144
6, Programa de Irradiação e ENSAIOS	150
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	154

# <u>NOTAÇÃO</u>

$c_1$	Címento armazenado em sacos de
	papel
с <sub>2</sub>	Cimento armazenado em sacos
	plāsticos
đ	: Diâmetro da amostra de cimento (mm)
Е	: ENSAIO em cada etapa do programa -
	<sup>(E</sup> 1,2,3,4,5,6 <sup>)</sup>
Eđ	: Módulo de elasticidade dinâmico
Fi	: Fluxo de neutrons instantâneo (n/cm <sup>2</sup> )
FŢ	: Fluxo de neutrons integrado (nvt)
FR	; Frequência fundamental de ressonân-
	cia (KHz)

 $\Delta FR$ : Variação de FR entre  $E_1 \in E_6$  (KHz)

FRo : Frequência de ressonância medida FRe : Frequência de ressonância calculada h : Altura ou comprimento da amostra (mm) L : Comprimento ou altura da amostra (mm) : Lote de 10 amostras (L1,2,3,4,5,6) L n,ns: Neutron, neutrons  $\mathbf{P}$ : Peso da amostra - (gf) Pe : Peso específico da amostra (gf/cm<sup>3</sup>) APe : Variação do Pe entre E<sub>1</sub> e E<sub>6</sub> PL : Precisão de leitura PR : Período de onda na FR S : Desvio padrão 5 : Desvio padrão médio Sv : Sievert - (unidade de dose =0, lmilirens) : Tempo t ttr : Tempo de trânsito do pulso ultra-sônico na amostra de cimento (ys) Attr: Variação do ttr em cada amostra entre E<sub>1</sub> e E<sub>6</sub> : TIPO de procedimento com amostras de т cimento (T1,2,3,4,5)  $\mu s$  : Micro-segundos (10<sup>-6</sup>s) : Volume das amostras de cimento (cm<sup>3</sup>) V

Þ

•

- Vp : Velocidade do pulso ultra-sônico nas amostras de cimento (Km/s)
- ΔVp : Variação da Vp entre E<sub>1</sub> e E<sub>6</sub>
- VPCP: Vaso de pressão de concreto protendido

Ensalo: cada teste em particular realizado em uma amostra. ENSAIO: conjunto de todos os testes realizado em um lote de 10 amostras

OBS.: todas as dimensões indicadas neste trabalho são dadas em milímetros, exceto indicação em contrário.

# TABELAS

ъ

đ

.

٠

ø

Т

1.1	I	Efeitos de doses variáveis de irra-	
		diação em concreto de vasos de pre <u>s</u>	
		são	10
4.1	:	Redução da frequência de ressonância	
		entre E <sub>l</sub> e E <sub>6</sub>	60
4.2	÷	Redução da velocidade de pulso entre	
		E <sub>1</sub> e E <sub>6</sub>	62
4.3	:	Variação de volume das amostras de	
		cimento	64
4.4	•	Variação da porcentagem de água eva-	
<b>T ,</b> 'L	•	porada nas amostras de cimento	66
4 F			
4.5	:	Porcentagem de agua evaporada nas	67
		amostras de cimento no ENSALO 4	Ų,
4.6	:	Variação de peso específico das amo <u>s</u>	
		tras de cimento	69
4.7	:	Peso específico no ENSAIO 4	70
4,8	:	Variação da frequência de ressonância	
		nas amostras de cimento	72
4.9	:	Variação da velocidade de pulso nas	
		amostras de cimento	75
4.10	:	Relação entre FRo e FRe	79
4 17		Variação do módulo de elasticidade di	
<b>7,1</b>	•	nâmico nas amostras de cimento	86
		HERETOO HEE ERODELED VE EXMENSE FILLETING THE THE THE THE	

pag.

A2.1 :	Prováveis elementos ativados no ci-	
	mento estudado	120
A3.1 :	Limites de dose recomendados pela	
	ICRP	125
A6.1 ;	Intervalo de tempo entre os ENSAIOS	
	em cada lote	152

pag.

# FIGURAS

1.1 :	Vaso de pressão de concreto protendi-	
	do de um reator refrigerado a gás	
	(GCFR) de 300MWe,(14) pag. 495	2
1.2 :	Atenuação da radiação no concreto de v <u>a</u>	
	so de pressão (17) pag. 264	5
1.3 :	Colisão em cascata,(26) pag. 25	7
1.4 :	Átomo intersticial,(27) pag. 40	7
1.5 :	Concentração de defeitos,(27) pag. 57 a) Intersticiais b) Lacunas	8
1.6 ;	Modelo de estrutura do cimento Hidrata-	
	do segundo W. Richartz e F.W. Locher ,	
	(33) pag. 191.	15
1.7 :	Hidratação e desenvolvimento da micro-es-	
	trutura na pasta de cimento,(38) pag.35	17

1.8	:	Modelo de estrutura do gel de cimento,	
		(38) pag. 49	17
1.9	:	Ondas mecânicas em um sólido,(49)pag.12 a) Longitudinal b) Transversal c) Superfície	18
1,10	:	Relações de Rayleigh	20
1.11	:	Técnica de frequência de ressonância-	
		- posicionamento dos transdutores,	
		(51) pag. 7	22
1.12	:	Amplitude de vibração na amostra na	
		frequência de ressonância fundamental	
		e primeiros harmônicos (44) pag. 20	23
1,13	:	Técnicas de propagação de pulso	24
1,14	:	Tempo de trânsito do pulso ultra- sô-	
		nico	24
1.15	:	Estimativa da frequência de ressonân-	
		cia a partir do tempo de trânsito do	
		pulso ultra-sônico	25
2.1	;	Armazenagem do cimento	27
		C <sub>l</sub> : saco de papel (tipo supermercado) C <sub>2</sub> : saco plástico e sílica gel	
2,2	:	Molde de aço e câmara saturada	28
2.3	:	Influência das condições de umidade de	
		cura na resistência mecânica da pasta,	
		(37) pag. 197	ЭÔ

.

. .

\*

ī

i

2.4	Montagem utiliza	da nos ensaios	de	
	ultra-som			31
2.5	Medida de dimens a) Altura	ões da amostra		33
	b) blametro			
2.6	Ensaio de resson	ância: fixação	do	
	transdutor e bloc	o deslizante		34
2.7	Ensaio de veloci	dade de pulso		35
2.8	: Corpo de prova p	adrão		35
2.9	: Programa de ensa	ios	••••••	38
2,10	: Tabela de anotaç	ão de medidas e	resul	
	tados			40
2.11	: Dispositivo de i	rradiação		42
	a) Tubo de irrad	iação		
	b) Tubo flexivel			
	c) Tubo suporte			
2.12	: Tubo de irradiaç	ão		43
2.13	Tubo Flexivel	•••••••••••••••••		44
2.14	: Instalação das a	mostras no dispo	sitivo	46
2,15	: Mapa do caroço -	posição de irra	diação	47
2.16	Posição das amos	tras no caroço		48
2.17	: Fluxo instantâne	o médio em cada	amos-	
	tra		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	49

đ

.

ø

3.1	;	Fluxo	integrado	térmico	nas	amostras	
		irradi	iadas				57

INSTITUTED TO THE AND THE REPORT OF A RES

3.2	Variação do peso específico nas amos-	
	tras irradiadas	58
3.3	Variação da velocidade de pulso nas	
	amostras irradiadas	59
4.1	Redução da frequência de ressonância	
	das amostras entre $E_1 = E_6$	61
4.2	Redução da velocidade de pulso das	
	amostras entre $E_1 = E_6$	63
4.3	Variação de volume das amostras de c <u>1</u>	
	mento	65
4.4	Porcentagem de água evaporada nas	
	amostras de cimento	68
4.5	Comportamento do peso específico das	
	amostras de cimento	71
4.6	Comportamento da frequência de resso-	
	nância das amostras de cimento	73
4.7	Comportamento da velocidade de pulso	
	das amostras de cimento	76
4.8	Relação entre velocidade de pulso e	
	peso específico das amostras de címe <u>n</u>	72
	to	70
4.9	Relação entre frequência de resso-	
	nancia medida e frequência de resso-	
	nancia calculada	80

ø

4.10 : Correlação entre velocidade de pulso	
e peso específico	82
4.11 : Correlação entre frequência de res-	
sonância e peso específico	84
4.12 : Correlação entre frequência de ress <u>o</u>	
nância e velocidade de pulso	85
4.13 : Comportamento do módulo de elastici-	
dade dinâmico das amostras de cimento	88

.

÷

ø

Al.1 :	Líquido de acoplamento entre transdu-	
	tor e amostra	98
Al.2 :	Influência da umidade na estabilidade	
	da F R	101
Al.3 :	Influência da umidade na reprodutibi-	
	lidade da F R	103
Al.4 :	Influência do comprimento da amostra	
	na F R	104
A1.5 :	Incerteza de leitura no teste de vel <u>o</u>	
A1.5 :	Incerteza de leitura no teste de vel <u>o</u> cidade de pulso	106
A1.5 : A1.6 :	Incerteza de leitura no teste de vel <u>o</u> cidade de pulso Influência da redução de comprimento	106
A1.5 : A1.6 :	Incerteza de leitura no teste de vel <u>o</u> cidade de pulso Influência da redução de comprimento na F R e V p	106 108
A1.5 : A1.6 : A1.7 :	Incerteza de leitura no teste de velo cidade de pulso Influência da redução de comprimento na F R e V p Condição de umidade das amostras nos	106 108

A2.1 :	Decaimento da radiação em cimento at <u>i</u>	
	vado a) g + γ	116
	b) γ	117
A2.2 :	Influência da variação do fluxo inte-	
	grado na ativação das amostras	118
A2.3 :	Espectro de emissão radioativa do ci-	
	mento estudado	119
A3.1 :	Pinças de alumínio	126
AJ.2 :	Atenuação da radiação no ar	127
A3.3 :	Atenuação da radiação β em luvas de	
	borracha antiderrapante	128
A3.4 :	Nível de dose na operação de troca de	
	tubos	129
A3,5 ;	Transferência das amostras para cast <u>e</u>	
	lo de chumbo	130
λ3.6 :	Castelo de chumbo	131
A3.7 :	Transporte dos castelos de chumbo	130
A3.8 :	Medida das dimensões de amostras irr <u>a</u>	
	diadas	132
A3.9 :	Pesagem das amostras irradiadas	133
A3.10:	Ensaio de ressonância - proteção con-	
	tra contaminação	133
A3.11:	Ensaio de velocidade de pulso em a-	
	mostras 4. diadas	134

2

é

--

A3.12:	Disposição dos aparelhos na montagem	
	utilizada nos ensaios	135
A3.13:	Secagem de amostras irradiadas	135

ð

A4.1 : Curvas de temperatura das amostras du rante a irradiação ..... 140
a) início de operação do reator
b) término de operação do reator

A6.1 : Intervalo entre os ciclos de irradiação. ..... 153

#### 1 - INTRODUÇÃO

### 1.1. EFEITOS DE IRRADIAÇÃO

1.1.1. Vaso de Pressão de Concreto Protendido

O projeto e construção de uma central nuclear envolve a participação coordenada de setores diversos. Um extensivo programa de pesquisas e desenvolvimento é executado considerando os problemas particulares de cada aspecto do projeto,(2,4 , 14,20).

Em determinados tipos de reatores, particularmente os refrigerados a gás, o concreto protendido tem sido apontado como solução ótima para estrutura do Vaso de pressão (VPCP) - (F<u>I</u> GURA 1.1),(5,6,9,10,11,28).

Nos projetos atuais, um sistema de reflexão e absorção de neutrons limita a dose absorvida pelas paredes internas do VPCP a um valor entre  $10^{19}$  e  $10^{20}$  nvt (neutrons rápidos) para a qual os efeitos de irradiação são esperados serem desprez<u>í</u> veis , (15,21,25).

A dose real e o espectro de energia de irradiação variam entre os tipos de reatores e os diversos projetos de um mesmo tipo. Por exemplo, um A.G.R. (Advanced Gas Reactor) operando a um fator de carga 85% durante 30 anos (21);

> NEUTRONS RÁPIDOS - 2,3 x  $10^{18}$  nvt (>1 MeV) NEUTRONS TÉRMICOS - 6,0 x  $10^{19}$  nvt RAIOS GAMA -  $10^{11}$  Rads

Dispositivos de blindagem térmica e refrigeração , além de evitarem perdas térmicas no caroço, mantém a superfície interna do VPCP a uma temperatura máxima em torno de 70<sup>0</sup>C, lim<u>i</u> tando assim o gradiente de temperatura na massa de concreto,(l. 3,13,17,19,20).



FIGURA 1.1 - Vaso de Pressão de Concreto Protendido de um Reator Rápido Refrigerado a Gás (GCFR) de 300 MWe. Nestas condições, os efeitos de doses de irradiação no concreto devem ser melhor compreendidos. Pode-se postular "a priori" uma redução de resistência mecânica a partir de determi nada dose em vista do efeito semelhante observado em outros materiais. Doses limites devem ser estabelecidas considerando o concreto particular empregado e a redução de resistência locali zada aceitável na estrutura em questão , (7,8,18,21,22,23,24).

#### 1.1.2. Absorção da Radiação no Concreto

٦

Os neutrons rápidos e intermediários que atingem a massa de concreto são atenuados principalmente pelo hidrogênio, presente na água de hidratação e água livre no cimento e agreg<u>a</u> dos e, então, absorvidos juntamente com os neutrons térmicos emitindo raios gama secundários,(29,30,31).

A interação dos neutrons com o núcleo dos átomos pode ocorrer em uma ou mais das seguintes formas:

- ESPALHAMENTO ELÁSTICO (n,n): ocorre apenas transfe rência de energia cinética entre o neutron e o núcleo.

 <u>ESPALHAMENTO INELÁSTICO</u> (n,n'): semelhante ao caso anterior. O núcleo é deixado em estado excitado e decai emitindo raios gama (INELASTIC y RAYS).

 <u>CAPTURA RADIOATIVA</u>: o neutron é capturado pelo núcleo,que emite um ou mais raios gama de captura (CAPTURE γ RAYS).

<u>REAÇÕES DE PARTÍCULAS CARREGADAS</u>: neutrons podem d<u>e</u>
 saparecer como resultado de reações de absorção do tipo (n,a) e
 (n,p).

<u>REAÇÕES DE PRODUÇÃO DE NEUTRONS</u>: são reações do ti po (n,2n) e(n,3n) que ocorrem com neutrons energéticos.

INSUTUTION TOURING FROEND AN AUGUSARES I P. & N. <u>FISSÃO</u>: o neutron, colidindo com certos núcleos ,
 pode provocar a divisão deste em duas ou mais partes formando
 novos elementos.

0

Os raios gama provenientes do caroço, juntamente com os raios gama secundários, interagem com a matéria sob diversas maneiras; contudo somente três processos devem ser considerados em problemas de engenharia nuclear,(29,30,31):

- <u>EFEITO FOTOELÉTRICO</u>: os raios gama incidentes interagem com a totalidade do átomo e um dos elétrons é ejetado com energia igual a do foton incidente menos a energia de ligação do elétron.

 <u>PRODUÇÃO DE PARES</u>: o fóton incidente é transformado em pósitron e négatron (e<sup>+</sup> e e<sup>-</sup>).

- EFEITO COMPTON: é o espalhamento elástico de um foton por um elétron. O fóton não desaparece na colisão e continua a interagir em outras partes do sistema.

A espessura requerida estruturalmente para as paredes do VPCP (>3m) associada à blindagem interna possibilitam a atenuação e absorção da radiação no concreto sem o uso de materiais especiais (agregados pesados: alta densidade ou grande c<u>a</u> pacidade de absorção),(FIGURA 1.2). Observações experimentais indicam os seguintes valores médios de 1/2 espessura\* para con-

distância percorrida pela radiação em um meio determinado até que sua energia seja reduzida por um fator 2.

-

a

NEUTRONS RÁPIDOS (>1 MeV) - 10 - 12 cm RAIOS GAMA PRONTOS - 11 cm RAIOS GAMA SECUNDÁRIOS - 19 cm



FIGURA 1.2 - Atenuação da radiação no concreto de vasos de pressão (concreto comum de alta resistência).

#### 1.1.3. Danos de Radiação em Materiais

Todos os componentes do concreto (cimento e agregados) apresentam fase cristalina caracterizada pela disposição regular de um grande número de células básicas que definem o tipo de estrutura do cristal .(32,36,38).

Propriedades como plasticidade, módulo de elasticidade, maleabilidade, dureza, resistividade, ponto de fusão e outras, estão intimamente relacionadas ao estado da rede cristal<u>i</u> na do material,(26,27,55).

Durante a irradiação os neutrons incidentes interagem quase que somente com o núcleo dos átomos e, na colisão clástica, apenas energia cinética é transferida ao núcleo. Se a energia transferida é maior que um certo valor limite, da ordem de 25 eV, o átomo será deslocado de sua posição de equilíbrio na rede, colidindo com seus vizinhos e, possivelmente, deslocando-os de suas posições. Este fenômeno, denominado "colisão em cascata" (FIGU-RA 1.3), produz certo número de átomos intersticiais (FIGURA 1.4) e um número correspondente de posições vazias,(26,27) :

PARTICULA INCIDENTE	ENERGIA	NO DE PARES FORMADOS
	(MeV)	(ordem de grandeza)
ELÉTRON	1	1
PARTÍCULA ALFA	1	5
NEUTRON RAPIDO	1	10 <sup>3</sup>
FRAGMENTO DE FISSÃO	50-100	104



# FIGURA 1.3 - Colisão em cascata

ø

ı

- Intersticial
- Lacuna



FIGURA 1.4 - Átomo Intersticial Configuração DUMB-BELL Sob ação de temperatura, a vibração térmica da rede cristalina pode causar a migração de defeitos no cristal: quando dois defeitos complementares se encontram (LACUNA-INTERSTI-CIAL) dá-se a aniquilação do par; se os defeitos são semelhantes há tendência de agrupamento formando assim grupos de inter<u>s</u> ticiais ou lacunas que causam distorção na rede cristalina (FI-GURA 1.5) e uma consequente deformação do cristal macroscópico, (26,27).



FIGURA 1.5 - Concentração de defeitos

- a) Intersticiais
- b) Lacunas

A concentração de defeitos afeta as propriedades elá<u>s</u> ticas e plásticas dos materiais causando redução na resistência mecânica e fragilização do modo de ruptura , (26,27).

#### 1.1.4. Objetivos do Trabalho

O progresso técnico e a inerente elevação de potência dos reatores nucleares resultaram em crescente exposição de materiais a fluxo de neutrons e temperatura. O estudo do comport<u>a</u> mento dos materiais sob ação combinada de calor e irradiação t<u>o</u>

TERSETUTION A DESCRIPTION MULTINARY

ma, a cada dia, maior importância dentro da área de pesquisas experimentais no setor nuclear,(23).

Grande parte dos estudos de efeitos de irradiação em concreto dirige-se a concretos especiais para blindagem, havendo ainda poucos resultados experimentais publicados acerca de concretos de alta resistência para vasos de pressão ,(21).

A questão básica, em concretos de vasos de pressão (V.P.C.P.), é a determinação da magnitude de dose que, em cond<u>i</u> ções particulares de temperatura, pressão, atmosfera, estado de tensões, etc..., causa alterações detectáveis nas propriedades mecânicas de um concreto específico (TIPO, TRAÇO, AGREGADOS, C<u>U</u> RA, IDADE, ETC). É de interesse, também, avaliar a relação entre doses progressivamente maiores e a correspondente redução de resistência, além de outros efeitos tais como alteração de condutividade térmica e possíveis variações na razão de deform<u>a</u> ção lenta,(21,22,23,24).

Trabalhos experimentais publicados apresentam certa diversidade de resultados (TABELALI). De maneira geral, pode-se afirmar que em níveis de dose entre 10<sup>19</sup> - 10<sup>20</sup> os efeitos de irradiação começam a se tornar significativos,(21,22,23,24,25).

# TABELA 11- Efeitos de doses variáveis de irradiação em concreto de vasos de pressão.

Efeito	Dos Rápida	e Térmica	Temperatura	Referência
Nenhum Em doses até	2,3x10 <sup>18</sup> 10 <sup>18</sup>	0,5x10 <sup>18</sup> 2x10 <sup>19</sup> 10 <sup>19</sup>	20 - 100 <sup>0</sup> C 130 <sup>0</sup> C	(25) (21) (24)
Início de Dete- rioração Detet <u>ã</u> vel	1,0x10 <sup>19</sup>  10 <sup>19</sup> -10 <sup>20</sup> 10 <sup>18</sup>	 2x10 <sup>19</sup>  10 <sup>19</sup>	120 <sup>0</sup> C 45 <sup>0</sup> C 130 <sup>0</sup> C	(25) (21) (23) (24)
<u>Concreto</u> Redução de Resi <u>s</u> tência	4x10 <sup>19</sup>  10 <sup>19</sup> -10 <sup>20</sup>	7,5x10 <sup>19</sup>	45 <sup>0</sup> C 50 <sup>0</sup> C 140-200	(25) (21) (22)
<u>Concreto</u> Aumento de Resi <u>s</u> tência com gran- de dispersão	10 <sup>19</sup>		200 <sup>0</sup> C	(23)
<u>Cimento</u> Aumento de Velo- cidade do Pulso com grande dis- persão	10 <sup>19</sup> -10 <sup>20</sup> 3x10 <sup>19</sup>		140-200 200 <sup>0</sup> C	(22) (23)

A diversidade de resultados pode ser, em parte, atribuida a grande variedade de concretos possíveis, associados a condições experimentais específicas (espectro de energia, fluxo integrado, condições de umidade e temperatura, etc ) de cada trabalho. Deve-se lembrar que, em vasos de pressão de reatores

nucleares, o concreto apresenta esta diversidade de características devido ao próprio processo construtivo.

O presente trabalho propõe-se estudar as condições experimentais básicas e testar técnicas de ensaios não destrut<u>i</u> vos aplicadas ao estudo dos efeitos de irradiação em concreto . Decidiu-se pelo estudo preliminar do componente básico do concreto, eliminando assim as variações relacionadas às caracterís ticas dos agregados, traço do concreto , comportamento do cime<u>n</u> to em concretos, etc...

As técnicas ULTRA-SÓNICAS de ensaios não destrutivos escolhidas - RESSONÂNCIA e VELOCIDADE DE PULSO - além de possibilitarem observação de alterações em uma mesma amostra (empar<u>e</u> lhamento de dados - item 3.3) proporcionam vantagens particulares principalmente relativas à segurança durante os ensaios com amostras irradiadas (não destruição da amostra: possibilidade de refazer o teste, melhor contrôle estatístico de uma medida , composição do lixo radioativo em blocos cilíndricos e outras).

#### 1.2. QUÍMICA DO CIMENTO

#### 1.2.1. Principais componentes

"Cimento" pode ser definido como "substância adesiva capaz de unir fragmentos ou massas de matéria sólida em um blo co compacto",(35). No presente trabalho o termo "cimento" é restringido à cimentos calcários, particularmente ao cimento Portland comum.

É obtido pela calcinação de uma mistura convenientemente dosada de substâncias calcárias e argilosas. O produto assim obtido, denominado "CLINQUER", é moido até sua pulveriza-

ção, quando então é chamado cimento. Silicatos e aluminatos de cálcio, sob forma de compostos complexos, constituem 90% da mag sa do clinquer (34,35,37):

ø

COMPOSTOS BÁSICOS	PORCI	ENTAGEM	NOTAÇÃO	SIMPLIFICADA
cao Cad	Cal	61-67		с
si o <sub>2</sub> Sidz	Sílica	20-23		S
AL203 alzOs	Alumina	1,5-7		A
Mg O <sup>Mg)</sup>	Magnésia	0,5-6		Mg
Fe2 03 Te203	Óxido de ferro	2-3,5		F
s 0 <sub>3</sub> 502	Sulfato	1-2,3		
Na2 O Na2O	Alcalis	0,3-1,5		
к <sub>2</sub> о 🖓				
T <sub>i</sub> O <sub>2</sub> Tida		0,1-0,4		T
P205 203		0,1-0,2		Р

COMPOSTOS COMPLEXOS				
3	Ċa	o.sio2		
2	Ċa	o.s <sub>i</sub> o <sub>2</sub>		
3	Ca	0.2s <sub>i</sub> 0 <sub>2</sub>		
3	Ca	0.AL203		
5	Ca	0.3AL.0 <sub>3</sub>		
12	Ca	0.7AL <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>		
	Mg	o.sio2		
3	Ca	0.Mg0.25102		

Ca O.MgO.SiO2

3 Ca 0.2Ti02

c <sub>3</sub> s	
Ca S	
c <sub>3</sub> s <sub>2</sub>	
C <sub>3</sub> A	
C <sub>5</sub> A <sub>3</sub>	
С <sub>12</sub> А <sub>7</sub>	7
M <sub>g</sub> s	
с <sub>3</sub> м s	<sup>3</sup> 2
CMgS	
C <sub>3</sub> T <sub>2</sub>	

NOTAÇÃO SIMPLIFICADA

COMPOSTOS COMPLEXOS	NOTAÇÃO SIMPLIFICADA
3 Ca 0.5AL <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A <sub>5</sub>
Ca 0.5AL <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	с а <sub>5</sub>
$2 \text{ Ca O.AL}_2\text{O}_3.\text{S}_1\text{O}_2$	C <sub>2</sub> AS
2 Ca O.F <sub>e2</sub> 03	C <sub>2</sub> F
$Ca O_r F_{e_2} O_3$	C F
4 Ca O.AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .F <sub>e2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF
$6 \text{ Ca } 0.2 \text{AL}_{2} 0_{3} \cdot \text{F}_{e_{2}} 0_{3}$	C <sub>6</sub> A <sub>2</sub> F
6 Ca O.AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .2F <sub>e2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> AF <sub>2</sub>
K <sub>2</sub> 0,23Ca0.12Si0 <sub>2</sub>	к с <sub>23</sub> s <sub>12</sub>
Na <sub>2</sub> 0.8Ca0.AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	NC <sub>8</sub> A
3 Ca O.P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	C, P

Os compostos presentes no clinquer são anidros. Quando expostos à ação da água são atacados ou decompostos formando novos compostos hidratados menos solúveis que causam o endurec<u>i</u> mento da pasta (item 1.2.2),(35,37,40):

#### COMPOSTOS HIDRATADOS

Ca (OH) 2
Mg (OH) <sub>2</sub>
3Ca0.25102.3H20
CaO.S102.0.35 H20
3CaO.AL <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub> .6 н <sub>2</sub> 0
4CaO.AL <sub>2</sub> 03.13 H <sub>2</sub> 0
4Ca0.AL203.19 H20
2CaO.AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .8 H <sub>2</sub> O
CaO.AL203.10 H20
4Ca0.3AL203.3 H20
3CaO.AL <sub>2</sub> O3.3CaSO4.32 H <sub>2</sub> O
3CaO.AL203.CaSO4.12 H20
3CaO.AL <sub>2</sub> 08.Ca(01) <sub>2</sub>

(NETITUED OF HESUUSASIE FREE STENING AND L. P. E. N.

Podem também estar presentes um certo número de impurezas provenientes das jazidas de matéria prima e da água de amassamento,(37).

#### 1.2.2. Estrutura Química Cristalina

Duas teorias clássicas procuram explicar a hidratação da pasta de cimento: teoria de "LE CHATELIER" (1882) e teoria de "MICHAELIS" (1893).

Na primeira, cristaloidal, o endurecimento é explicado pelo engavetamento de cristais que se formam pela cristaliz<u>a</u> ção de uma solução supersaturada de compostos hidratados menos solúveis que os anidros.(37).

Pela teoría coloidal de MICHAELIS, a hidratação do cimento dá origem a uma solução supersaturada e formam-se cristais em agulhas e palhetas hexagonais . Há a formação de um silicato monocálcico hidratado, pouco solúvel, que dá origem a um gel coloidal na massa geleificada, que aprisiona os cristais; o gel continua a tomar água, a massa endurece e impermeabilizase.(37).

Atualmente a tendência é de uma síntese entre as duas teorias ,(38,39,40,42),(FIGURA 1-6).

O exame microscópico da pasta revela a presença de grãos de cimento não hidratados, cristais hexagonais de hidróx<u>i</u> do de cálcio, cristais hexagonais ou cúbicos de aluminatos c sulfa-aluminatos e poros preenchidos ou não com água,(38,42,43).



FIGURA 1.6 - Modelo de estrutura do cimento hidratado, segundo W. Richartz e F.W. Locher. Kp: Poros capilares , Lp: Poros de ar.

O gel é formado por pequenas partículas de dimensões coloidais (~200 Å), principalmente hidratos e silicatos de cálcio com alguns aluminatos e ferrites . A cristalização dos compostos se dã sob formas variadas tais como sistemas hexagonais, placas ou prismas, agulhas, texturas fibrosas, fases amo<u>r</u> fas, formascúbicas, etc., (33,38,40).

Foram já identificados pelo menos 14 tipos de soluções sólidas entre os compostos hidratados, sendo provável a existência de outras mais complexas,(32,34,35,38,39).

A aplicação da microscopia eletrônica em estudo de c<u>í</u> mento possibilitou a observação direta da variedade de morfologias locais existentes na pasta,(40,42,43).

#### 1.2.3. Micro Estrutura da Pasta

As propriedades da pasta de cimento são, em última análise, determinadas por sua composição química e estrutura fí-
sica. A interação com água, gases e outros agentes agressivos são dependentes da composição das fases cristalinas enquanto as características físicas como resistência, constância de volume, permeabilidade, plasticidade e densidade são, em grande parte, determinadas pela estrutura física,(32,33,40,42).

A formação da estrutura se inicia com a adição de água ao pó de cimento, estabilizando-se gradualmente no decorrer do processo de cura (FIGURA 1.7). A maior parte da água é incorporada nas fases sólidas, permanecendo o restante como água livre nos poros e capilares ou aderentes às partículas sob forças de superfície (38).

A porosidade é definida como a fração de volume ocupa da pela água evaporável e compreende os poros capilares e os poros do gel, atingindo cerca de 28% do volume da massa (FIGURA 1.3). Diferenças estruturais entre pastas feitas com o mesmo c<u>i</u> mento são, em primeiro lugar, devido ãs diferenças na porosidade capilar em função da relação ãgua/cimento efetiva,(38,39,41, 43).

O desenvolvimento da resistência mecânica é determina do por diversas e complicadas inter-relações entre fenômenos de solubilidade e super-saturação, formação e crescimento de núcleos cristalinos, grau de crescimento da superfície específica dos produtos de hidratação e estabelecimento de contactos mecânicos ou químicos na estrutura dos cristais entrelaçados. De ma neira geral, pode-se atribuir a resistência mecânica às forças de coesão (VAN DER WALLS) atuantes entre as partículas do gel ou ao entrelaçamento dos cristalitos e a formação de ligações químicas nos seus pontos de contacto,(35,38,43).



FIGURA 1.7 - Hidratação e desenvolvimento da micro-estrutura na pasta de cimento.



O conteúdo de água desempenha também importante papel na resistência da pasta, cuja estrutura é mecanicamente in<u>s</u> tável e torna-se permanentemente alterada quando a pasta é seca pela primeira vez. A temperatura exerce efeito semelhante sobre a micro-estrutura do cimento,(39,42,43).

#### 1.3. TÉCNICAS ULTRA-SÓNICAS

### 1.3.1. Características Fundamentais

Som é a alteração na pressão, tensão, deslocamento de partículas ou velocidade da partícula, que é propagada em um material elástico; ou a superposição de tais vibrações propagadas. A energia destas vibrações apresenta-se sob forma potencial, no elemento elástico, e cinética, na massa,(46,47).

Cada elemento interage com os próximos por meio de forças elásticas e viscosas, induzindo o deslocamento de elemen tos sucessivos no meio. A elasticidade fornece a força de restauração que tende a manter o elemento em sua posição de partida até que, novamente, alcance uma posição de equilíbrio. As órbitas descritas pelos elementos caracterizam o tipo básico de onda: longitudinal, transversal e de superfície (FIGURA 1.9) , (45,49,50).



a) Longitudinal b) Transversal

c) Superficie

18.

São três as propriedades da matéria relacionadas à propagação destas perturbações (47):

 <u>ELASTICIDADE</u>: pela qual é oferecida uma resistência à variação de densidade em todos os estados da matéria e alterações na forma em sólidos;

 <u>VISCOSIDADE</u>: pela qual forças resistivas são desen volvidas proporcionalmente à razão de tempo na deformação;

 <u>INÉRCIA</u>: que oferece resistência à aceleração das partículas do meio perturbado que se movem devido à deformação.

A perda de energia e a consequente atenuação da onda, em sólidos, está vinculada a quatro fatores, sendo o tipo predominante dependente do material em questão,(50):

- Transformação em calor

- Fricção viscosa

- Histerese elástica

- Espalhamento

4.

Em materiais policristalinos a fricção viscosa entre os grãos é responsável por grande parte das perdas,(50).

Técnicas ultra-sônicas, ou simplesmente sônicas, referem-se às técnicas que se utilizam de ondas de natureza sonora (ondas mecânicas) abrangendo frequências de 1/10 Hz (Sismolo gia) a 10<sup>14</sup> Hz (Física de Sólidos). É elevado o número de aplicações destas técnicas nos mais diversos setores,(44).

Neste trabalho restringir-nos-emos às técnicas de an<u>á</u> lise dinâmicas, particularmente às técnicas de frequência de ressonância e velocidade de pulso, empregadas com intuito de avaliar possíveis alterações de propriedades físicas no cimento, quando submetido à irradiação de neutrons e raios gama.

n=<u> <u>k</u>. <u>V</u> 2 π l<sup>2</sup></u>

1.3.2. Relações Básicas

"A frequência de ressonância de um espécime e a velocidade de uma onda vibratória passando através do material de que é feito o espécime estão relacionados entre si e ao módulo de elasticidade do material" (RAYLEIGH, 1877), (51).

Para uma barra vibrando em flexão temos (FIGURA 1.10):



- n = Frequência fundamental de ressonância  $(H_Z)$ .
- R = Raio de giração de uma seção perpendicular ao eixo longitudinal da barra.
- V = Velocidade do som no meio.
- *l* = Comprimento do espêcime.
  - E = Môdulo de elasticidade din<u>â</u> mico.
  - p = Densidade do meio.
  - m = Constante = 4,73 para o modo fundamental de vibração.

FUGURA 1.10 - Relações de Rayleigh.

Estas relações aplicam-se a diversos materiais ( metais, plásticos, madeira, tijolos, rocha, concreto, etc...) , dando origem a técnicas que envolvem a determinação da frequência de ressonância de um espécime e a medida da velocidade que

> I MOLE UND DE ENGLUAR ENERGEN VIS E NUCLEARES Les IPIENS

uma onda mecânica de compressão desloca-se através do meio. Segundo teorias desenvolvidas por RAYLEIGH, TIMOSHENKO, LOVE e outros (51), certas propriedades podem ser calculadas a partir dos resultados de testes sônicos (48,51), (item 1.3.5):

> Módulo de elasticidade Coeficiente de Poisson Decremento logarítmico

Constante de amortecimento

• Outras características podem ainda ser avaliadas: Pega

Fluência

Uniformidade da massa

Fissuração

Qualidade em geral

Correlações empiricas podem ser estabelecidas entre frequência de ressonância ou velocidade de pulso e a resistência mecânica do material. No caso de cimento e concreto, contudo, estas correlações tem sua validade restrita ao lote de amo<u>s</u> tras em estudo.

### 1.3.3. Técnicas de Frequência de Ressonância

Um oscilador de frequência variável gera uma onda senoidal que é transformada em vibração mecânica por um transdutor apropriado (item 2.2.1.). Este, sob certa pressão, transmite a vibração à amostra, que passa a vibrar na frequência emitida. Um segundo transdutor acoplado em outro ponto da amostra (FIGURA 1.11) é excitado por esta vibração. O sinal assim obt<u>i</u> do é amplificado e visualizado por intermédio de um osciloscópio. Quando a frequência gerada no oscilador coincide com a frequência fundamental de ressonância da amostra, a amplitude de vibração na amostra é máxima. A identificação do pico de amplitude é feita visualmente na tela do osciloscópio,(48,51).



O= TRANSVERSAL D: TORCIONAL C= LONGTTUDINAL

FIGURA 1.11 - Técnica de frequência de ressonância.

OBS.: A localização dos transdutores na amostra caracteriza o tipo de ressonância obtido:

- a) Transversal
- b) Torcional
- c) Longitudinal

Na frequência fundamental de ressonância longitudinal, o comprimento de onda é cerca de duas vezes o comprimento da amostra, guando a relação altura/diâmetro está em torno de dois, (48,51).

Além da frequência fundamental, existem outras frequências em que ocorre ressonância: são os chamados harmônicos de ordem superior. A ordem do harmônico é dada pelo número de meias ondas contidos na extensão da amostra (FIGURA 1.12),(44):



e,



FIGURA 1.12 - Amplitude de vibração na amostra na frequência de ressonância fundamental e primeiros harmônicos.

OBS.: NO CENTRAL: amostra fixada pelo centro.

ANTI-NÖ CENTRAL: amostra fixada pelas extremidades.

# 1.3.4. Técnicas de Propagação de Pulso

Consistem basicamente em um trem de pulsos de ondas ultra-sônicas de curta duração (~ MHz) que percorre o material a uma determinada velocidade, que é função das características do meio,(48,51).

O modo de aplicação do teste é semelhante ao de resso nância: substituiu-se o gerador de onda senoidal por um gerador de pulso e observa-se a defasagem entre o pulso emitido e o pu<u>l</u> so recebido. As principais têcnicas são as de transmissão e re-



FIGURA 1.13 - Técnicas de propagação de pulso.

Conhecendo-se as características geométricas do meio (caminho percorrido pelo pulso) calcula-se a velocidade do som no material (FIGURA 1.14).



$$V = \frac{L}{t_{tr}}$$

$$P_{i} \in PICD \in MITED$$

$$V = Velocidade de pul-$$

$$P_{i} \in PICD \in MITED$$

$$V = Velocidade de pul-$$

$$P_{i}, P_{k} \in PICD \in MITETIOS$$

$$t_{i} \in MINEO = TRANSTRO$$

$$L = Caminho percorrido.$$

$$t_{tr} = Tempo de trânsito$$

$$do pulso ultra-so$$
nico.

FIGURA 1.14 - Tempo de trânsito do pulso ultra-sônico.

ŧ.,

Na frequência fundamental de ressonância o comprimento de onda corresponde a duas vezes o comprimento (altura) da (item 1.3.3., FIGURA 1.12),(51). O tempo de trânsito amostra

do pulso ultra-sônico na amostra corresponde, então, a meio periodo da frequência de ressonância, que pode assim ser estim<u>a</u> da pela relação (FIGURA 1.15):



FIGURA 1.15 - Estimativa da frequência de ressonância a partir do tempo de trânsito do pulso ultra-sônico.

### 1.3,5. Propriedades Dinâmicas

ы,

A partir dos valores de frequência de ressonância e velocidade de pulso é possível, por meio de correlações empíricas, avaliar-se o módulo de elasticidade dinâmico e a resistência à compressão do cimento e concreto. Estes resultados, cont<u>u</u> do, tem sua validade restrita ao lote em estudo, visto que esta correlação depende de grande número de fatores, tais como: dosagem do concreto, relação água-cimento, tipo e granulometria do agregado, tipo de cimento, condições de cura, etc... (48,51).

"O módulo de elasticidade computado por meio de testes sônicos é diferente daquele determinado por testes de carga não devendo ser empregado em cálculos de dimensionamento , o que poderia levar a erros significativos..." (51, pag. 80) . Contudo, quando se estuda a variação de propriedades de materiais, este método é o mais indicado devido a sua sensibilidade e precisão, além de possibilitar a observação direta das alterações de propriedades em uma mesma amostra (emparelhamento de d<u>a</u> dos) permitindo um melhor controle estatístico dos resultados (menor dispersão), (48,51,54).

São muitas as adaptações empíricas das relações de Rayleigh para o cimento e concreto. Neste trabalho serão empr<u>e</u> gadas as seguintes (48):

a) RESSONÂNCIA LONGITUDINAL\*

$$Ed = \frac{2(n_L)^2 \ell^2 \rho}{\sigma} k$$

- n<sub>L</sub> = Frequência fundamental de ressonância
  - $\ell$  = Comprimento da amostra
  - c = Densidade do material
  - g = Aceleração da gravidade
  - k = Constante de correlação

b) VELOCIDADE DE PULSO\*

 $Ed = V_L^2 \circ .k$ 

3

- Ed = Módulo de elasticidade dinâmico
- V<sub>L</sub> = Velocidade da onda no material

 $\rho$  = Densidade do meio

- k\* = Constante de correlação
- \* Estas relações devem ser adaptadas ao lote em estudo por meio de constantes obtidas por correlação com testes destrutivos.

## 2 - DESCRIÇÃO DO TRABALHO EXPERIMENTAL

٦

.

#### 2.1. PREPARO DOS CORPOS DE PROVA (AMOSTRAS)

### 2.1.1. Cimento Utilizado

Para a confecção dos corpos de prova (amostras) empregou-se o cimento portland comum, cp-320 marca Santa Rita , utilizado em estruturas de concreto em geral. De acordo com o modo de armazenamento é denominado C<sub>1</sub> e C<sub>2</sub> (FIGURA 2,1.);



FIGURA 2.1. - Armazenagem do cimento

C<sub>1</sub> : Saco de papel (tipo supermercado). C<sub>2</sub> : Saco plástico e sílica gel.

Seis sacos de papel contendo 750g de cimento cada e um saco plástico com 10.000g do mesmo cimento isolado do ar por meio de sílica gel, permanecem em atmosfera ambiente cerca de 60 dias.

O cimento C<sub>l</sub> absorve certa quantidade de umidade do ar hidratando-se parcialmente enquanto C<sub>2</sub> permanece isolado da umidade ambiente.

Observou-se que, na operação de moldagem das amostras, o cimento C<sub>l</sub> apresentava pequenos grânulos (d<lmm) que com difículdade se dissolviam na água de amassamento enquanto C2, ainda finamente pulverízado, misturava-se facilmente.

## 2.1.2. Moldagem e Cura das Amostras

A moldagem é feita misturando-se manualmente 750g de cimento com 300g de água (a/c = 0,40). A pasta assim obtida é lançada em 10 moldes cilíndricos de aço, préviamente umidecidos com desmoldante de concreto (DESMOL). A cura se processa em câmara saturada (FIGURA 2.2.). Após a pega e endurecimento inicial (24 horas), (FIGURA 1.7; item 1.2.3), efetua-se a desmoldagem, as amostras são identificadas por um código apropri<u>a</u> do e então retornam à câmara saturada onde permanecem até o início do programa de ensaios (item 2.3.2.) quando sua altura, em cada lote, é regularizada com precisão de  $\pm$  1 mm e as supe<u>r</u> fícies inferior e superior polidas com lixa nº 300.





São moldados 12 lotes de 10 amostras cada (6 C<sub>1</sub> e 6 C<sub>2</sub>) utilizados no experimento, testes preliminares ( APÉNDI-CE 1) e irradiações protótipo (APÉNDICE 2).

#### 2.1.3. Representatividade dos Lotes

"Nos ensaios destrutivos convencionais os testes de avaliação de resistência mecânica e módulo de elasticidade não são feitos diretamente na pasta de cimento em virtude das dificuldades de moldagem e ensaios e a consequente amplitude  $\mathbf{de}$ variação dos resultados. Estuda-se o comportamento de argamassas ou concretos com agregados e granulometria padronizados sob condições estritamente controladas. Nestas condições a resistência final do concreto (ou argamassa), que depende da coe são do cimento, da adesão entre o cimento e o agregado e, em menor grau, da resistência do agregado em si, avalía de maneira mais próxima da realidade a resistência do cimento em estru turas de concreto" (36 - pag. 52). Os ensaios não destrutivos, por outro lado, permitem a observação de alterações de proprie dades físicas da pasta em sí sem vincular seu comportamento - à estruturas de concreto, além de propiciar menor dispersão nos resultados,(51).

As características físicas da pasta de cimento endurecida dependem de fatores como composição química, condições de cura, idade, etc... (item 1.2.3.). De grande importância são as condições de temperatura e umidade de cura (FIGURA 2.3), (37).

A cura em câmara saturada mantém a mesma condição de umidade (U<sub>R</sub> = 100%) em todas as amostras enquanto a variação da temperatura ambiente afeta igualmente a todos os lotes. O período de cura do cimento estudado é cerca de 16,3 meses.

> NETTINO (ALE) STATE STATE STATE I F €. N. I F €. N.



.

4

FIGURA 2.3 - Influência das condições de umidade de cura na resistência mecânica da pasta.

### 2.2. MONTAGEM UTILIZADA NOS ENSAIOS

3

# 2.2.1. Descrição da Aparelhagem

A montagem utilizada nos ensaios de ultra-som segue o esquema descrito nos itens 1.3.2. e 1.3.3., (FIGURA 2.4.).



### ENSAIO DE RESSONÂNCIA

- a) Estabilizador de tensão (SO-RENSEN - 115 V - 30A).
- b) Gerador de funções HEWLET PACKARD (50-AB).
- c) Mesa com transdutores (IFUSP).
- d) Osciloscópio Tectrônics 561A.

## ENSAIO DE VELOCIDADE DE PULSO

e) Aparelho de ultra-som KRAUTKRAMER -U.S. FLAW DETECTOR USIP 10 w.

f) Transdutores KRAUTKRAMER - 0,05 MH<sub>2</sub>.

FIGURA 2.4 - Montagem utilizada nos ensaios de ultra-som.

#### EQUIPAMENTO ADICIONAIS

-	Balança Mettler	Pinças		
- 1	Estufa Retilínea	Luvas		
_	Detetores Victoreen 440-444	Máscaras		

O arranjo físico dos aparelhos é planejado em função



da simplicidade e segurança de operação (FIGURA A.3.12, APÊND<u>I</u> CE 3).

### 2.2.2. Testes de Reprodutibilidade

Com objetivo de se avaliar quantitativamente as características operacionais dos aparelhos e otimizar os result<u>a</u> dos dos ensaios foi realizada uma série de testes com amostras de cimento de 3 a 3 meses de idade. Estes testes e seus resultados são descritos no APÉNDICE 1 .

### 2.2.3. Sistemas de Segurança

Os ensaios de amostras irradiadas requerem precauções especiais devido à ativação de elementos e impurezas presentes no cimento. Duas irradiações protótipo foram realizadas para teste do dispositivo de irradiação, desenvolvimento e te<u>s</u> te dos procedimentos de irradiação, levantamento das características nucleares das amostras e grau de aquecimento devido à radiação gama (APÊNDICE 2). A partir das informações obtidas definiu-se os sistemas e procedimentos de segurança necessários (APÊNDICE 3).

### 2.3. ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO

### 2.3.1. Descrição do ENSAIO

Cada lote (10 amostras) é estudado individualmente . Este procedimento é repetido em todos os lotes:

#### ENSAIO PADRÃO DE UMA AMOSTRA

a) DIMENSÕES  $\rightarrow$  (h e d)

h: altura (ou l: comprimento) - média dos valores m<u>e</u> didos em duas direções perpendiculares entre si (FIGURA 2.5.a). d: Diâmetro - média dos valores máximo e mínimo (FI-GURA 2.5.b ).



FIGURA 2.5 - Medida de dimensões da amostra.

b) <u>PESO</u>  $\sim$  (P)

Medida em balança de precisão (0,0005g). As variações de peso são atribuidas à variação do teor de umidade (água evaporável) do cimento.

### c) FREQUÊNCIA DE RESSONÂNCIA (FR)

A amostra é posicionada entre os transdutores (FIGU-RA 2.4) sob pressão produzida pelo deslocamento de uma mola (FIGURA 2.6). Variando-se a frequência gerada observa-se, na tela do osciloscópio, a amplitude da onda captada pelo transdu tor receptor: quando esta é máxima a frequência no gerador corresponde à ressonância da amostra. O período da onda nesta frequência é lido diretamente na tela do osciloscópio.



FIGURA 2.6 - Ensaio de ressonância: fixação do transdutor e blo co deslizante.

Este procedimento é repetido cinco vezes reposicionando-se a amostra entre cada leitura (APÉNDICE 1). Toma-se a média das cinco leituras e calcula-se a frequência de ressonâ<u>n</u> cia pela relação:

FR = Frequência de ressonância $<math>F_R = \frac{1}{\overline{P}}$  $\overline{P} = Média dos períodos de onda$ 

d) VELOCIDADE DE PULSO (VD)

A amostra é posicionada sobre o transdutor emissor convenientemente fixado e pressiona-se o transdutor receptor so bre a amostra (FIGURA 2.7). A defasagem entre os pulsos emitido e recebido é lida diretamente em microsegundos na tela do aparelho. A velocidade de pulso é calculada pela relação:

 $V_{p} = \frac{\ell i}{t_{tr}}$   $V_{p} = \frac{\ell i}{t_{tr}}$   $\ell i = Comprimento (altura) da amostra$   $t_{tr} = Tempo de trânsito do pulso ultra-sôni$ co na amostra.

Antes e apôs o ensaio de cada lote verifica-se a calibração do aparelho pelo ensaio de um corpo de prova padrão de acrílico com dimensões e t<sub>tr</sub> conhecidos (FIGURA 2.8).

TRANSDUTORES

3 40

RELEPTOR

NOSTRA

EMISSOR







O lote é ensaiado duas vezes consecutivas para confirmação da leitura. A frequência de ressonância pode então ser estimada pela relação (item 1.3.4.);

- $F_{Re}$  = Frequência de ressonância ca<u>l</u> culada.
- t<sub>tr</sub> = Tempo de trânsito do pulso ultra-sônico.

### 2.3.2. Programa de ENSAIOS

 $F_{Re} = \frac{1}{2t_{+n}}$ 

A história de temperatura e o teor de umidade da amostra no momento do ensaio afetam significativamente os resul tados obtidos (APÉNDICE 1). Com objetivo de distinguir o efeito de irradiação do efeito de temperatura (APÉNDICE 3) e contornar a influência do teor de umidade nos ensaios, foi desenvolvido um programa de "ENSAIOS" onde são definidos cinco "TI-POS" de procedimentos com as amostras. Em cada TIPO são realizados seis ENSAIOS de caracterízação em etapas sucessivas do programa. O esquema apresentado na FIGURA 2,9 corresponde ao estudo de l lote (10 amostras).

OBS.:

T: TIPO  $\rightarrow$  T<sub>1</sub>, T<sub>2</sub>, T<sub>3</sub>, T<sub>4</sub>, T<sub>5</sub>

E: ENSAIO +  $E_1, E_2, E_3, E_4, E_5, E_6$ 

O efeito de cada TIPO de procedimento é avaliado em um estudo comparativo final considerando os resultados horizon tais e verticais do programa de ENSAIOS: HORIZONTAIS: 5 tipos em cada ENSAIO.

VERTICAIS : 6 ensaios em cada TIPO.

INSTITUTO DE PRECUERSENER (ECRENCE) ENUCIERNES

- <u>TIPOS</u> de procedimentos com as amostras: (cada TIPO corresponde ao estudo de duas amostras do lote):
- TIPO 1 CONTROLE: permanecem em atmosfera ambiente.
- TIPO 2 IRRADIAÇÃO: irradiadas sem secagem prévia em estufa.
- <u>TIPO 3 IRRADIAÇÃO</u>: irradiadas após secagem prévia em estufa a 170<sup>0</sup>C durante 8 horas.
- <u>TIPO 4 SIMULAÇÃO DE TEMPERATURA</u>: secagem prévia em estufa (170<sup>°</sup>C - Sh). Submetidas a ciclos de temperatura semelhantes aos que ocorrem com amostras no caroço do reator.
- <u>TIPO 5 CONTROLE TEMPERATURA</u>: submetidas à secagem prévia , permanecem em atmosfera ambiente.

Sequência de ENSAIOS:

ENSAIO 1: imediatamente após retirada da câmara saturada.

ENSAIO 2: após secagem em estufa.

ENSAIO 3: após cerca de 2 dias em atmosfera ambiente.

ENSAIO 4; após período de decaimento\*

ENSAIO 5: após segunda secagem em estufa.

ENSAIO 6: após saturação final.

\*OBS.: O intervalo de tempo entre os ENSAIOS em cada lote é apresentado no APÉNDICE 5, (TABELA A6.1).



FIGURA 2.9 - Programa de Ensaios.

۰.

38.

# 2.3.3. Tabela de Resultados

A cada amostra é associada uma tabela de anotação de medidas e cálculo de resultados (FIGURA 2.10). Após o EN-SAIO de um lote é feito um cálculo de resultados preliminar que permite a observação do comportamento das características e propriedades de cada amostra à medida que se desenvolve o programa de ENSAIOS:

VALORES MEDIDOS		VALORES CALCULADOS	
Altura	h	Volume	$v = \frac{\pi d^2}{4}$
Diämetro	d	Peso específico	$\rho = P/V$
Peso	P	Velocidade de pulso	$v_{\mathbf{p}} = h/t_{\mathbf{tr}}$
Tempo de Trans.	<sup>t</sup> tr	Freq. Ress. Est.	$F_{R_{E}} = 1/(2xt_{tr})$
Período na F. Ress.	PR	Vel./Peso Esp.	$V = V_p/\rho$
		Freq. Ress. observ.	$F_{R_0} = 1/P_R$
-		% H <sub>2</sub> O evaporada	$8 H_2 O = \frac{P_0 - P_1}{P_0}$

As medidas e resultados de cada lote são assim resumidas em 10 tabelas somando um total de 60 tabelas (6 lotes) que registram os resultados de 360 ENSAIOS-AMOSTRA (1800 valo res medidos e 2480 valores calculados).

							-								. ~••				
¢-2	261181	5, 70	2,99	40,163	\$1,030	3,013	18.0	3100	27800	159	36,6	36,25	35,5	35,8	35,5	35, 3	27500	00'1	C 7 2
5-2	201181	5, 31	3,95	E5010h	351 74 F	1,925	12.0	3-50	スチョンCC	1.64	£'hε	34,2	34.3	34, 5	35,0	34,5	a 5000	),oų	10 Jer
4-a	14 11 & (	IE S	2 . 55	40. C53	24144	41932	13.5	3256	38600	1.68	35,0	34.5	34,3	34, 2	34,5	34,3	2 8 800	1.01	р 1
3 - 1	280551	5,38	2,95	40,163	30,113	1,955	16.15	3450	30306	(-] 3 	3210	38.5	3.21.2	38,0	3210	38,15	26200	0,86	1 1
7 6	250581	5,32	2,65	40,163	80,761	2101	5191	3456	30300	. €£'}	34,5	1 t'hE	34,3	35,0	34, 3	3t'he	38300	0,95	~ ~
	320521	5, 7,3	2,55	10,333	81,380	2,023	ا د اح	3450	30300	1t'1	33.5	33.8	33.5	33.5	33,4	3316	25 800	3.5 0	
	H,	4m (	ţ	ι	بخ	1//L	, v 5	3/100	ŧ	a.		_	ã,	-		۶,1	Ψ,		: :
ENSAIO	DATA	0	b.A.M.rec	Velows	5 t C	7610 STREIFICO	41 tai-suro	Verpending Pured		Ve: 10	, , ,		f n Fou émo-A	DE REALIZATION DE		4	In Utstavana	A 6 1	

KMOSTRA 3-3-3

đ

67

40.

### 2.4. DISPOSITIVO DE IRRADIAÇÃO

2.4.1. Descrição dos Elementos

O dispositivo é projetado para irradiação de amostras em condições controladas de atmosfera, temperatura e pres são. É básicamente composto por três partes (FIGURA 2-11):

- a) TUBO DE IRRADIAÇÃO
- b) TUBO FLEXIVEL
- c) TUBO SUPORTE

a) <u>TUBO DE IRRADIAÇÃO</u>: É constituido por duas partes: tubo de irradiação propriamente dito e "Cabeça" do tubo (FIGURA 2.12):

TUBO PROPRIAMENTE DITO: Tubo de alumínio que aloja as amostras nas condições pré-estabelecidas de atmosfera, pressão e temper<u>a</u> tura e as conduz ao caroço do reator;

<u>CABEÇA DO TUBO</u>: Peça de aço inox acoplada ao tubo propriamente dito, que simplifica a instalação e posicionamento das amostras no interior do tubo e possibilita a troca de tubos em irr<u>a</u> diações sucessivas sem a remoção das amostras (tubo submerso).





œ



FIGURA 2.12 - Tubo de irradiação.



b) <u>TUBO FLEXÍVEL</u>: Tubo de borracha com 10m de comprimento e 4 cm de diâmetro (FIGURA 2.13). Em sua extremidade inferior possui rosca estanque p<u>a</u> ra acoplamento à "cabeça" do tubo de irradiação; na extremidade superior dispõe de um sistema de injeção e controle de pressão além de conexões elétricas para dois termo-pares e um cabo de alimentação do forno para aquecimento de amostras.

OBS.: o forno não foi utilizado neste trabalho.



FIGURA 2.13 - Tubo flexivel.

c) <u>TUBO SUPORTE</u>: Composto por três tubos de alumínio dispostos em série (comprimento total 8 m) onde são fixados o tudo de irradiação e o tubo flexível. Tem por função conduzir o tubo de irradiação ã posição desejada no caroço do reator.

### 2.4.2. Instalação das Amostras no Dispositivo

Quatro amostras  $(2T_2 e 2T_3)$  sobrepostas alternadamente são alojadas em uma "gaiola" de arame de alumínio recozido que, por sua vez, é conectada a uma haste de alumínio (L-220 cm, d-0.7 cm). A ponta quente do termo-par inserida en tre duas amostras e o conjunto é introduzido no tubo de irra diação. A posição das amostras é regulada pelo posicionamento de um "estrêla" de lucite na extremidade superior da haste (FIGURA 2.14). A solda do termo-par (amostras x tubo flexível) é feita pela abertura no topo da "cabeça do tubo".

Terminada a instalação o tubo é herméticamente fechado e, pelo tubo flexível, injeta-se argônio à pressão de 1,5 atm. Estanqueidade é verificada submergindo-se o tubo de irradiação na piscina do reator; observa-se a formação de bolhas de ar nas conexões e a estabilidade da pressão indicada pelo manômetro em um período de pelo menos 18 horas.

O sistema de referência do termo-par associado a um resgistrador (APÉNDICE 4) é conectado à extremidade superior do tubo flexível e efetua-se um teste geral de funcionamento.

45.



2.4.3. Posicionamento das Amostras no Caroço

A irradiação é feita no IEA-RI, reator de pesquisas tipo piscina, de 2 MW de potência.

Com auxílio de uma ponte rolante, o dispositivo é transportado e inserido no GRESIL II, PLUG A-20, posição 42 do caroço do reator (FIGURA 2.15).



FIGURA 2.15 - Mapa do caroço: localização do dispositivo de irradiação no caroço do reator (posição de irr<u>a</u> diação) IEA-RI.

TONES - FERRES - PERSONAL CLARK PRODUCTS

O fluxo de neutrons no caroço varia em função de d<u>i</u> versos fatores como posição do GRESIL, cota do ponto considerado, posição das barras de controle, estado e configuração dos elementos combustíveis e configuração\*. As amostras de cimento são posicionadas no tubo de irradiação de modo a se localizarem na seção média vertical do caroço, onde o fluxo de neutrons é máximo (FIGURA 2.16).

\* do caroço em geral.

4



FIGURA 2-16 - Posição das amostras no caroço do reator IEA-R1. O fluxo em cada amostra é tomado como a média de fluxos a cada centímetro, calculado a partir do fluxo instantâneo médio em um período de 2 horas de irradiação (FIGURA 2.17).



FIGURA 2.17 - Fluxo instantâneo médio em cada amostra no caro ço do reator IEA-Rl R = fluxo rápido. T = fluxo Térmico.

### 2.5. IRRADIAÇÃO DAS AMOSTRAS

## 2.5.1. Tempo de Irradiação

É estabelecido em função da ordem de grandeza da do se desejada, do fluxo de neutrons rápidos na posição de irradiação, do tempo disponível para irradiação e, em parte, do grau de ativação das amostras e o consequente período de decaimento necessário (APÊNDICE 2):

TEMPO DE IRRADIAÇÃO	FLUXO INTEGRADO	OBTIDO
	Térmico (nvt)	Rápido (nvt)
1 segundo	9,00x10 <sup>12</sup>	3,70x10 <sup>12</sup>
l semana	1,20×10 <sup>18</sup>	4,80x10 <sup>17</sup>
2 meses	$1,02 \times 10^{19}$	4,17x10 <sup>18</sup>

O tempo de irradiação no presente trabalho foi lim<u>i</u> tado à 1 semana (40 horas). A simulação de fluxos de reatores operacionais implica em períodos de irradiação: entre 2 meses e 2 anos no IEA-R1.

Em virtude de o tempo de operação do reator não ser igual a cada ciclo de operação (l dia), o tempo total de irr<u>a</u> diação (5 cíclos) não é o mesmo para todos os lotes. Esta variação reflete-se no fluxo integrado em cada amostra (FIGURA 4.1, item 4.1.1):

FI	TERMICO	RÁPIDO
	x l0 <sup>18</sup> nvt	$x10^{17}$ nvt
MAX	1,53	8,52
MIŅ	0,81	3,34

# 2.5.2. Irradiação das Amostras

As amostras são irradiadas nas seguintes condiçõespadrão:

> ATMOSFERA: ar + argônio TEMPERATURA: ~170<sup>°</sup>C PRESSÃO: 1,5 atm

OBS.: A irradiação em atmosfera seca, de gás inerte, exagera a perda de umidade do cimento causando elevada taxa de retração e fissuras,(51).

A operação de irradiação é descrita no APENDICE 2 .

## 2.5.3. Temperatura de Irradiação

A atenuação da radiação gama no cimento gera calor que causa elevação de temperatura na amostra. Esta temperatura, segundo indicado pelo sistema do termo-par, oscila entre 150 e 170<sup>0</sup>C durante a irradiação.

O estudo da temperatura é de grande importância no caso do cimento, visto ser este um material de grande sensíb<u>i</u> lidade à ação do calor, que expulsa a água livre e água intersticial e, em alguns casos, a água combinada nos compostos hidratados causando distorções na micro-estrutura e criando tensões térmicas, micro-fissuras e fissuras na pasta de cime<u>n</u> to. Estes efeitos são considerados no APÊNDICE 4.
#### 3 - RESULTADOS EXPERIMENTAIS

#### 3.1. CALCULO DOS RESULTADOS

O cálculo final de resultados, incluindo médias e desvio padrão, é feito em computador (IBM 370/ IPEN) com prec<u>i</u> são dupla (8 digitos) utilizando-se o programa S.A.S. (Statistical Analisis Sistem ). A precisão real dos valores calculados é fornecida pela análise de propagação de erros ( APÊNDICE 5). As médias assim calculadas são dispostas em gráficos para análise comparativa (cap. IV). Uma descrição sumária do programa é apresentada a seguir.

#### 3.1.1. Entrada de Dados

As medidas tomadas nos ENSAIOS são codificadas sob formato apropriado simplificando as operações a serem efetuadas pelo computador: uma matriz - tabela com 360 linhas e 10 colunas resume os resultados experimentais obtidos.

## 3.1.2. Operações

Os resultados são calculados por operações entre c<u>o</u> lunas de dados (Exemplo):

VOLUME – ALTURA X DIÂMETRO X DIÂMETRO X  $\pi | \neq 4$ 

O programa calcula também a média, desvio padrão e outros, em cada etapa de ENSAIO de cada TIPO de procedimento.

#### 3.1.3. Tabela de Resultados

Os valores calculados (resultados e médias) são impressos pelo computador sob forma de tabelas:

l tabela de resultados: 360 linhas - 9 colunas.

60 tabelas de médias\*: 16 linhas - 9 colunas.

A partir dessas tabelas elabora-se quadros de médias por características desejadas: volume, velocidade de pulso, etc...

### 3.2. DIAGRAMAS DE COMPORTAMENTO

Os diagramas de comportamento (gráficos) utilizados para análise comparativa são elaborados a partir dos quadros de médias por características. O comportamento de cada caract<u>e</u> rística no desenvolvimento do programa de ENSAIOS é, assim , visualizado em um ou mais dos seguintes tipos de gráficos , construídos para cada característica:

OBS.: os pontos representando as médias são ligados por traços a fim de facilitar a visualização do comportamento, não im

(5 TIPOS - 6 ENSAIOS - 2 QUALIDADES DE CIMENTO)

plicando em variação linear de características entre os ENSAIOS.

#### 3.2.1. Médias e Desvío Padrão

Visualiza-se o comportamento das médias em cada TI-PO de procedimento, incluindo o desvio padrão de cada média (80 gráficos).

OBS.: não são apresentados neste trabalho.

#### 3.2.2. Superposição dos TIPOS

.

Os 80 gráficos de médias e desvio padrão são resum<u>i</u> dos em 16 gráficos de superposição dos TIPOS, facilitando a análise comparativa. O desvio padrão médio é indicado no canto superior direito do quadro (cap. 4).

#### 3.2.3. Características Interdependentes

Acompanha-se, em cada TIPO de procedimento, o comportamento da relação entre características interdependentes como velocidade de pulso e Peso Esp., frequência de ressonância e Peso Esp., Velocidade de pulso e frequência de ressonância; observando-se a alteração predominante em cada ETAPA do programa de ENSAIOS (15 gráficos - não serão apresentados ne<u>s</u> te trabalho).

### 3.2.4. Superposição de Características Interdependentes

Permite a observação de correlações entre as características (tendência de variação).

### 3.2.5. Dados Emparelhados

Apenas as características fundamentais são analisadas (velocidade de pulso e frequência de ressonância). Resumem, em essência, os resultados obtidos.

OBS.: Emparelhamento de dados é a observação de alterações das características de uma mesma amostra no decorrer do processo estudado.

## 3.2.6. Convenção de Traços Empregadas

TIPO 1 - ar lívre	<u>د</u>
TIPO 2 - irradiação saturada	
TIPO 3 - irradiação seca	<b>-</b>
TIPO 4 - simulação de tempe-	<del></del>
ratura	
TIPO 5 - controle de tempe-	,,,,,,,
ratura ; influência	
da secagem prévia	
em estufa.	

### 3.3. ANÁLISE DE PROPAGAÇÃO DE ERROS

Em virtude da precisão de leitura das medidas, surge um erro que é propagado aos valores calculados com estas m<u>e</u> didas. A análise de erros aquí desenvolvida visa determinar a precisão real dos valores calculados e é apresentada no APÊND<u>I</u> CE 6 .

Ó.	guadro	abaixo	resume	<b>0</b> \$	resultados	da	anālise:
----	--------	--------	--------	-------------	------------	----	----------

VALORES MEDIDOS	UNIDADE	PRECISÃO DE LEITURA
Altura	em	h,hh ± 0,005
Diâmetro	cm	a,da ± 0,005
Peso	gf	pp,ppp ± 0,0005
Tempo de trânsito	μS	tt,t ± 0,2
Período de Ressonância	μS	tt,t ± 0,2

VALORES CALCULADOS	UNIDADE	PRECISÃO
Volume	cm <sup>3</sup>	VV,V <u>+</u> 0,04
Peso específico	gf/cm <sup>3</sup>	pp,pp ± 0,007
Velocidade de pulso	km/s	Vp,VpVp ± 0,043
Freq. Ress. Calculada	Hz	FeFe,Fe ± 0,04
Velocidade/Peso Específico	m/s/kg/m <sup>3</sup>	r,rr ± 0,026
Freq. Ress. Medida	Hz	FoFo,Fo ± 0,2
FRo/FRe	ę	f,ff ± 0,02
ън <sub>2</sub> 0	8	i,ii ± 0,07%
Módulo elásticidade di-		
nâmico	-	ЕЕЕ — б

# 3.4. INFLUÊNCIA DA DOSE ATINGIDA

Cada amostra irradiada é submetida a um fluxo integrado que depende de sua posição no caroço de reator e do tempo total de irradiação característico ao lote (item 2.5.1) . A amplitude de variação do fluxo integrado nas amostras é cerca de uma ordem de grandeza (8x). Esta dispersão pode ser consid<u>e</u> rada desprezível frente à magnitude do fluxo integrado, da ordem de 10<sup>18</sup> nvt.



FIGURA 3.1 - Fluxo integrado térmico nas amostras irradiadas.

OBS.: o fluxo instantâneo varia no decorrer dos ciclos de operação do reator: o fluxo integrado é uma estimativa teórica feita a partir do fluxo instantâneo médio (em 2 horas de irradiação) em cada amostra; o fluxo integrado real aproxima-se do fluxo teórico, segundo indica a ativação das amostras (FIGURA A2.2).

OBS.:  $a_1 e a_3 + TIPO 2 + saturada$  $a_2 e a_4 + TIPO 3 + seca em estufa$ 

O efeito desta dispersão na alteração de densidade e

velocidade de pulso das amostras em condição saturada ( $E_1 - E_6$ ) pode ser observada nas FIGURAS 3.2 e 3.3,



FIGURA 3.2 - Variação do peso específico nas amostras irradia-





As diferentes doses recebidas pelas amostras não causam tendência observâvel de alteração do peso específico ou velocidade de pulso.

A alteração do peso específico é menor que 0,03gf/cm<sup>3</sup> sendo, portanto, da magnitude da precisão de leitura. A alteração na velocidade de pulso varia entre 0,10 e 0,55 Km/s não apresentando tendência de variação com o fluxo integrado.

#### 4 - INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS

#### 4.1. DADOS EMPARELHADOS

٦

#### 4.1.1. Frequência de Ressonância

A dispersão dos resultados indicada pela distribuição das médias e amplitude do desvio padrão torna o teste inconclusivo (FIGURA 4.1 - TABELA 4.1). De maneira geral, pode-se dizer que a perda de umidade devido à radiação ( $T_2$ ) ou secagem em estufa ( $T_{3,4,5}$ ) afeta mais sensivelmente o resultado que a secagem ao ar livre.

TABELA 4.1 - Redução da frequência de Ressonância entre  $E_1 e E_6$ .

CIMENTO 1 TIPO F<sub>R</sub> (KHz) S (KHz) 1 1,0 0,8 2 2,5 0,4 3 3,5 1,4 4 4,0 0,9 5 3,7 1,1

OBS.:	PL =	0,2	KHZ.
-------	------	-----	------

CIMENTO 2				
TIPO	FŖ (KHz)	Ş (KHZ)		
1	1,2	0,6		
2	2,1	0,9		
3	2,9	0,3		
4	3,2	0,9		
5	3,7	0,7		



FIGURA 4.1 - Redução na frequência de ressonância das amostras entre  $E_1 = E_6$ .

4.1.2. Velocidade de Pulso

A alteração da velocidade de pulso é aproximadamente a mesma para todos os tipos de procedimento (exceto tipo l - controle) tomando-se cada cimento separadamente. (TA-BELA 4.2 - FIGURA 4.2).

É provável que esta alteração (redução da Vp) seja causada pela modificação na estrutura da pasta devido à perda de água por ocasião do tratamento térmico  $(T_{3,4,5})$  ou irradi<u>a</u> ção  $(T_2)$ .

TABELA 4.2 - Redução da velocidade de pulso entre  $E_1 e E_6$ . OBS.: PL = 40 m/s.

	CIMEN	rro l		CIM	ENTO 2	
TIPO	V (m/s)	S (m/s)		TIPÒ	V (m/s)	S (m/s)
1	0	50		I	70	. 30
2	300	120		2	360	120
3	240	90		3	4 30	50
4	260	60	ľ	4	360	50
5	250	70		5	430	80

Observa-se uma maior redução na Vp em todos os TI-POS de procedimentos com o cimento C<sub>2</sub>. Este fato pode estar ligado a duas causas:

a) O cimento C<sub>1</sub>, já no ENSAIO E<sub>1</sub>, apresenta velocidade de puso reduzida (item 4.2.4) devido à presença de grãos não hidratados em maior quantidade e provavelmente de maiores dime<u>n</u> sões;

b) A massa de cimento mais severamente afetade pela temp<u>e</u> ratura ( $T_{2,3,4,5}$ ) e/ou secagem ao ar livre ( $T_1$ ,  $T_2$ ), (massa hidratada) é maior em  $C_2$ .





INSTITUTO TO FERRICIA DE LA RESULTE NUCLEARES

#### 4.2. DADOS NÃO EMPARELHADOS

OBS.: Para correta interpretação dos gráficos apresentados a seguir, consultar item 4.3.2, FIGURA 2.9.

4.2.1. Volume

4

O menor volume das amostras moldadas com C<sub>1</sub> pode ser atribuido à maior exudação (perda de água) causada pelo menor grau de hidratação da pasta devido ao maior volume de grãos não hidratados.

A dispersão dos resultados entretanto leva a um volume médio para todas as amostras em torno de 40 cm $^3$  (TA-BELA 4.3).

TABELA 4.3 - Variação de volume das amostras de cimento. PL  $\pm$  0,2 cm<sup>3</sup>.

	CIMENT	ro 1		CIMENTO 2	¥
TIPO	VOLUME (cm <sup>3</sup> )	s_ (cm <sup>3</sup> )	TIPO	VOLUME (cm <sup>3</sup> )	s (cm <sup>3</sup> )
1	39,8	2,0	1	40,6	1,5
2	39,4	2,0	2	41,0	0,8
3	38,6	1,7	3	40,6	1,4
4	39,6	0,8	4	40,3	1,6
5	39,1	1,8	5.	39,5	1,0
MÉDIA	39,3	1,7	MÉDIA	40,4	1,3

Observa-se que o volume médio mantem-se constante no desenvolvimento dos ENSAIOS em todos os TIPOS de proced<u>i</u> mentos. Considera-se que, dentro da precisão das medidas , não há alteração de volume em cada amostra em particular (FIGURA 4.3).



۲

#### 4.2.2. Porcentagem de Água Evaporada

A porcentagem de água livre, em peso, perdida pela amostra em cada etapa do programa de ENSAIOS é indicada neste diagrama. Toma-se como referência a amostra saturada: 0,00% H<sub>2</sub>O.

OBS.: Neste caso há emparelhamento de dados, (FIGURA 4.4).

A perda de água em C<sub>l</sub> após secagem em estufa é ligeiramente maior que em C<sub>2</sub> possivelmente devido à maior quantidade de água não combinada (maior massa de grãos não hidratados).

A porcentagem de água é aproximadamente a mesma nos ENSAIOS 1 e 6  $(T_{1,2,3,4,5})$  e 2 e 5  $(T_{3,4,5})$  respectivamente.

TABELA 4.4 - Variação da porcentagem de âgua evaporada nas amostras de cimento. PL = ± 0,0002.

	CIMENTO	1	C	IMENTO 2	
ENSAIO	୫ ମ <sub>2</sub> ୦	S	ENSAIO	<sup>€. Н</sup> 2 <sup>О</sup>	s
1	٥,٥	-	1	0,0	-
2	19,0	0,5	2	17,2	0,3
3	17,5	1,0	3	15,2	0,8
4	-	-	4	- 1	-
5	18,5	0,5	5	16,8	0,5
6	0,5	0,2	6	0,3	0,2

Considera-se reprodutiveis as condições de umidade nos ENSAIOS 1 e 6 (saturado) c 2 e 5 (seca em estufa). O ENSAIO 3 é feito após certa permanência em atmosfera ambiente (APÉNDICE 6) e não será considerado na análise comparativa ; indica apenas a absorção de umidade do ar pelas amostras. O ENSAIO 4 é feito após permanência de 45-70 dias em atmosfera ambiente (decaimento na sala do reator).

A porcentagem de água neste ENSAIO (E-4) estabil<u>i</u> za-se segundo o quadro abaixo:

TABELA 4.5 - Porcentagem de água evaporada nas amostras de cimento no ENSAIO 4.

 $PL = \pm 0,0002.$ 

	CIMENT	01	 C	IMENTO 2	
TIPO	ŧн <sub>2</sub> 0	S	TIPO	ън <sub>2</sub> о	S
1	7,0	0,5	1	5,0	0,3
2	9,3	3,2	2	8,0	4,4
3	13,5	4,2	3	9,3	3,0
4	13,5	0,5	4	12,6	0,4
5	13,5	0,5	5	12,9	1,8

A comparação dos resultados é feita então nos ENSAIOS 1 e 6 ; e 2 e 5, respectivamente saturado e seco em estufa . No ENSAIO 4 a dispersão dos resultados não permite um estudo comparativo confiável.



FIGURA 4.4 - Porcentagem de água evaporada nas amostras de cimento - desvio padrão médio:  $C_1 = 0,55$  $C_2 = 0,36$ 

4.2.3. Peso Específico

Esta característica afeta particularmente os resultados do teste de velocidade de pulso. Nos ENSAIOS l e 6 (amostras saturadas) de todos os TIPOS de procedimento apr<u>e</u> senta resultados aproximadamente iguais em C<sub>1</sub> e C<sub>2</sub> (diferença da ordem do desvio padrão), enquanto nos ENSAIOS 2 e 5 (secas em estufa ) os resultados encontrados em C<sub>2</sub> são lige<u>i</u> ramente maiores (2 x desvio padrão), (TABELA 4.6).

Considera-se perfeitamente reprodutiveis as condições de peso específico das amostras nos ENSAIOS 1 e 6  $(T_{1,2,3,4,5})$ em C<sub>1</sub> e C<sub>2</sub> simultaneamente e nos ENSAIOS 2 e 5  $(T_{3,4,5})$  em C<sub>1</sub> e C<sub>2</sub> individualmente (FIGURA 4.5).

TABELA 4.6 - Variação do peso específico das amostras de cimento.  $PL = \pm 0.01$ 

	CIMENTO 1				
ENSAIO	p (gf/cm)	S(gf/cm)			
1	2,03	0,03			
2	1,66	0,03			
3	1,68	0,04			
4	*	*			
5	1,67	0,03			
6	2,03	0,03			

CI	CIMENTO 2					
ENSAIO	p(gf/cm <sup>3</sup> )	S(gf/cm)				
1	2,05	0,02				
2	1,71	0,02				
3	1,74	0,03				
4	*	*				
5	1,72	0,02				
6	2,04	0,02				

A dispersão das médias no ENSAIO 4 não permite comparação de resultados (TABELA 4,7). Os resultados dos ENSAIO 3 são considerados apenas para indicação de absorção de umidade do ar. TABELA 4.7. - Peso específico no ENSAIO 4.

	CIMENTO 1				mento 2	
TIPO	p(gf/cm <sup>3</sup>	S(gF/cm <sup>3</sup> )		TIPO	p(gf/cm <sup>3</sup> )	S(gf/cm <sup>3</sup> )
1	1,88	0,05		1	1,94	0,01
2	1,81	0,07		2	1,89	0,10
3	1,82	0,07	=	3	1,86	0,08
4	1,77	0,03		4	1,81	0,03
5	1,75	0,03		5	1,82	0,02
					ŀ	

70.



FIGURA 4.5 - Comportamento do peso específico das amostras de cimento - desvio padrão:

$$\bar{s} = C_1 : \pm 0,03$$
  
 $C_2 : \pm 0,02$ 

INSTRUCTOR STATES STATES STATES

4.2.4. Frequência de Ressonância

A dispersão das médias não permite conclusões a respeito de alterações causadas pela irradiação ou temperatura em estufa. Nos ENSAIOS 4 e 5 das amostras TIPO 3,4 e 5 houve dificuldade de se identificar o pico de ressonância fundamental (cerca de 60% de perda de resultados).

As médias obtidas no ENSAIO l  $(T_{1,2,3,4,5})$  agrupam-se em torno de 28,0 KHz  $(C_1)$  e 29,2 KHz  $(C_2)$ .

Os valores obtidos no ENSAIO 6 apresentam larga variação não havendo separação nítida entre as médias de cada TIPO de procedimento (FIGURA 4.6).

A fissuração causada nas amostras T<sub>3,4,5</sub> pela ação da secagem em estufa pode ser responsável pela série de ressonâncias expúrias que dificultam a identificação do modo fundamental de vibração .

Em amostras secas ao ar livre ocorre redução na amplitude da ressonância fundamental dificultando, em alguns casos, sua identificação.

Os ENSAIOS em condição saturada  $(E_1-E_2)$  com amo<u>s</u> tras que não sofreram secagem em estufa  $(T_1,T_2)$  apresentaram melhores resultados (TABELA 4.8):

TABELA 4.8 - Variação da frequência de ressonância nas amos tras de cimento. PL =  $\pm$  0,2 KHz

	TIPO 1						TIPO 2					
CIMENTO	ENSAIO	FR(KHz)	S(KHz)	∆ FR		CIMENIO	ENSALO	FR (KHz)	S(KHz)	4 PR		
	1	28,0	0,6			-	1	28,2	0,5	2.0		
	6	27,0	1,0	1,0			6	25,3	0,9	2,9		
	1	29,2	0,5	1 4			1	25,3	0,4			
2	6	27,8	0,7	1,4			6	27,2	0,8	2,1		

Observa-se que a alteração das médias é da magnitude do desvio padrão encontrado, indicando menor sensibil<u>i</u> dade do método ou maior dispersão dos resultados obtidos com os aparelhos disponíveis.

$$\Delta FR = \Delta FR (T_2) - \Delta FR(T_1)$$

$$C_1 : \Delta FR_{C_1} = 2,9-1,0 = 1,9 : o - 1,0$$

$$C_2 : \Delta FR_{C_2} = 2,1-1,4 = 0,7 : o - 0,8$$



FIGURA 4.6 - Comportamento da frequência de ressonância das amostras de cimento . desvio padrão médio C.; ± 0,80

desvio padrão médio 
$$C_1: \pm 0,80$$
  
 $C_2: \pm 0,60$ 

<sup>\*</sup>OBS.: considerando apenas ( $E_1 e E_6$ )

#### 4.2.5. Velocidade de Pulso

#### Comportamento (FIGURA 4.7)

- TIPO l : Velocidade varia coerentemente com a densidade (teor de âgua) retomando o valor inicial após a saturação final (E<sub>6</sub>).
- TIPO 2 : Velocidade coincidente com TIPO 2 até irradiação  $(E_1, E_2, E_3)$  apartir de então, assemelha-se as do T<u>I</u> PO 3,4,5  $(E_4 = 6)$ .
- TIPO 3 : Redução de velocidade após primeira secagem; sem variação significativa até ENSAIOS 5, recuperando parcialmente a velocidade após saturação final.
- TIPO 4 : Redução de velocidade após primeira secagem; redução residual até segunda secagem, recuperando parcialmente a velocidade após saturação final.
- TIPO 5 : Comportamento semelhante ao TIPO 4; recuperação de velocidade após saturação final.

# Cimento $C_1 \in C_2$

Observa-se uma velocidade de pulso sempre maior em C<sub>2</sub> em todos os ENSAIOS correspondentes. A redução final de velocidade, entretanto, é de mesma magnitude em C<sub>1</sub> e C<sub>2</sub>, tomando-se como referência a velocidade final da amostra de controle (T<sub>1</sub>,E<sub>6</sub>) e ligeiramente maior em C<sub>2</sub>, tomando-se como referencia a velocidade inicial da mesma amostra de controle  $(T_1, E_1)$ , (TABELA 4.9).

TABELA 4.9 - Variação da velocidade de pulso nas amostras de cimento.

PL = 0.04 Km/s.

	<sup>T</sup> 2,3,4,5						<sup>T</sup> 2,3,4,5				
CIMENIO	ENSAIO	Vp(Km∕s)	S	۵Vp		CIMENTO	ENSAIO	Vp(Km/s)	s	∆Vp	
	1	3,36	0,05	0 20		6	2	2,92	0,06	0 10	
	6	3,08	0,07	0,20	0,20		°1	5	2,80	0,15	0,12
	1	3,50	0,05	0.00			2	3,20	0,05		
<sup>c</sup> 2	6	3,22	0,06	0,28		<sup>C</sup> 2	5	3,04	0,12	10,16	

A alteração de velocidade é maior na condição saturada ( $E_1, E_6$ ) e tem a magnitude do desvio padrão em amostras secas ( $E_2, E_5$ ). Os diagramas de comportamento indicam uma alteração de estrutura na primeira secagem ( $T_{3,4,5}$ ) da mesma magnitude da alteração em  $T_2$  devido à irradiação.



ā

FIGURA 4.7 - Comportamento da velocidade de pulso nas amostras de cimento - desvio padrão médio:  $C_1: \pm 0,60$  $C_2: \pm 0,55$ 

'OBS.: considerando apenas  $E_1 \in E_6 - E_2 \in E_5$ .

# 4.2.6. Relação entre Velocidade de Pulso e Peso Específico

O peso específico do cimento afeta diretamente o valor da velocidade de pulso. O cálculo da relação  $Vp/\rho$  é feito a partir dos resultados de cada amostra (FIGURA 4.8).

A relação cresce inicialmente, reduzindo-se a um valor menor que o inicial no decorrer do tempo, o que sugere uma elevação inicial, seguida de redução progressiva da resistência mecânica.

Este fenômeno pode estar relacionado a um aumento inicial das tensões internas da pasta devido à deformação provocada pelo aquecimento e secagem, seguida de redução progressiva causada pela acomodação de tensões e surgimento de micro fissuras (APÊNDICE 6).



FIGURA 4.8 - Relação entre velocidade de pulso e peso específico das amostras de cimento.

# 4.2.7. <u>Relação entre Frequência de Ressonância Medida</u> e <u>Frequência de Ressonância Calculada</u>.

A frequência de ressonância de um espécime pode ser estimada a partir dos resultados dos testes de velocid<u>a</u> de de pulso (item 1.3.2). A consistência do valor de FR estimado é avaliada pela relação  $F_{RO}$  /  $F_{Re}$  e é calculada p<u>a</u> ra cada amostra em cada ensaio (dados emparelhados).

Esta relação apresenta-se estável apenas no EN-SAIO 1 (T<sub>1,2,3,4,5</sub>), (TABELA 4.10); nos demais a dispersão encontrada é da ordem de 20%. Esta dispersão é causada pri<u>n</u> cipalmente pela dispersão encontrada nos ensaios de ressonância (FIGURA 4.9).

TABELA	4.10	-	Relação	entre	FRO	e	FRe .	
	1.1.4		WOTAŽAA	CULTE	1. 1	-	r ne 🧃	٢.

ENSAIO 1							
CIMENTO	FR0/FRe	S					
1	0,98	0,02					
2	0,96	• 0,02					

ENSAIO 2,3,4,5,6						
CIMENIO	F <sub>Ro</sub> /F <sub>Re</sub>	S				
1	0,88-1,00	0,08				
2	0,81-0,99	0,08				

OBS.: a relação  $F_{R_O}/F_{R_e}$  deve aproximar-se de 1,0 quando a relação altura/diâmetro da amostra aproxima-se de 2 (FIGURA Al.6 - APÊNDICE 1).



ŗ

FIGURA 4.9 - Relação entre frequência de ressonância medida e frequência de ressonância calculada - desvio padrão médio  $C_1 = C_2 = E_1 : \pm 0,02$ 

E2,3,4,5,6: ± 0,08

# 4.2.8. <u>Correlação Entre Velocidade de Pulso e Peso Específi</u> <u>co</u>

A redução permanente da Vp acontece entre os EN-SAIOS 3 e 4 para amostras  $T_2$  e ENSAIOS 2 e 5 para amostras  $T_{3,4,5}$ , indicando que enquanto amostras  $T_2$  sofrem alteração devido à irradiação, amostras  $T_3$  são submetidas à irradiação já com a estrutura alterada pela secagem em estufa . A variação encontrada entre os ensaios 3 e 4 é desprezível.

OBS.: os gráficos de comportamento de cada TIPO não serão apresentados.

No gráfico de agrupamento dos pontos observa-se relação linear entre Vp e Peso Específico (FIGURA 4.10).



'OBS.: considerando todos os ensaios.

# 4.2.9. <u>Correlação Entre Frequência de Ressonância e</u> <u>Peso</u> <u>Específico.</u>

۵

Comportamento semelhante à Vp x p com maior dispersão nos resultados.

O agrupamento dos pontos indica também tendência de correlação linear, embora a dispersão comprometa esta conclusão (FIGURA 4.11).

# 4.2.10. Correlação Entre Prequência de Ressonância e Velocidade de Pulso.

Observa-se uma tendência de correlação linear entre os resultados dos testes de FR e Vp. A grande dispersão encontrada nos valores de ressonância compromete a confiab<u>i</u> lidade desta afirmação.

Verifica-se uma alteração maior da velocidade de pulso no cimento 1 no decorrer dos ensaios embora a alteração final seja de mesma magnitude que em  $C_2$ , (FIGURA 4.12).



Q

С

 $\bigcirc$ 

FIGURA 4.11 - Correlação entre frequência de ressonância e Peso específico.

Desvio padrão médio C<sub>1</sub>: FR =  $\pm$  1,7 KHz Pe =  $\pm$  0,03 g/cm<sup>3</sup> C2 FR =  $\pm$  1,2 KHz Pe =  $\pm$  0,02 g/cm<sup>3</sup>

OBS.: considerando todos os ensaíos.



۵

FIGURA 4.12 - Correlação entre frequência de ressonância e velocidade de pulso.

Desvio padrão médio 👘

$$C_1 = FR = \pm 1,7 \text{ KHz}$$
  
 $Vp = \pm 0,80 \text{ Km/h}$   
 $C_2 = FR = 1,2 \text{ KHz}$   
 $Vp = 0,70 \text{ Km/h}$ 

#### 4.2.11. Módulo de Elasticidade Dinámico

É calculado a partir dos resultados dos testes de velocidade de pulso pela fórmula empírica:

	Ed	<b></b>	modulo de elasticidade dinamico (t/cm)
2	V	=	velocidade de pulso Km/h
$Ed = V^{-} \rho R$	ρ	=	peso específico gf/cm <sup>3</sup>
	R	=	10-constante que depende do:
			∙caminho percorrido •forma •coeficiente de Poisson •intervalo de variação de p

O valor da constante K deve ser obtido experimentalmente por correlação com resultados de testes destrutivos, o que não foi realizado neste trabalho. Tomou-se um v<u>a</u> lor arbitrário X=10.

A alteração ocorrida entre os ENSAIOS 2 e 5 é pequena frente aos desvios padrão encontrados sendo, em parte, devido ã evolução das micro-fissuras. Entre os ENSAIOS le 6, esta alteração é de mesma magnitude em todos os TIPOS de procedimento (TABELA 4.11).

TABELA 4.11 - Variação do módulo de elasticidade dinâmico nas amostras de cimento.

SATURADO									
CIMENTO	ENSAIO	Ed	s	۵Ed					
1	1 6	230 195	7 10	35					
2	1	260 210	7 10	50					

SECO								
CIMENIO	ENSALO	Eđ	S	Å Ed				
	2	142	7	10				
L 1	5	132	12					
	2	175	7	15				
Z	5	160	15					

- <u>TIPO 1</u> : Pequena variação devido à alteração de umidade retomando ao valor inicial após saturação final.
- TIPO 2 : Permanece estável até a irradiação, quando sofre decréscimo , recuperando parcialmente, após a saturação, o valor inicial de Ed.
- TIPO 3,4,5 : Apresentam comportamento semelhante: redução sensível de Ed após primeira secagem; ligeira redução entre a primeira e a segunda secagem; recuperação parcial do valor inicial de Ed após saturação final (FIGURA 4.13).


#### 5 - CONCLUSÃO E SUGESTÕES

۵

#### 5.1. EFEITOS DE IRRADIAÇÃO

Considerando a ordem de grandeza do fluxo integr<u>a</u> do, as condições de irradiação (pressão, temperatura, umid<u>a</u> de) e a aparelhagem disponível (ENSAIOS), pode-se afirmar que a irradiação por neutrons rápidos, têrmicos e raios gama, causam o mesmo efeito, em termos de redução de velocid<u>a</u> de do som no meio, que a elevação de temperatura consider<u>a</u> da isoladamente, causada pela irradiação nas amostras de c<u>i</u> mento.

A elevação de temperatura no cimento irradiado produzida pela atenuação dos raios gama do caroço e o aque cimento por condução nas amostras de controle em estufa causam deformação na micro-estrutura da pasta. Esta alteração, indicada pela redução da velocidade do pulso ultra-sônico, é devida principalmente à perda de água intersticial e a consequente ruptura das ligações entre os micro-cristais de cimento hidratado. A ressaturação das amostras não refaz estas ligações. A recuperação parcial da velocidade de pulso é devida ao preenchimento dos poros e capilares com água

Havendo superposição de efeitos de irradiação e efeitos de temperatura, este último exerce influência predominante em termos de redução de velocidade de pulso. Nota-se ainda que o efeito de um ciclo de temperatura é o mesmo que o de dois, seis e sete ciclos estudados.

#### 5.2. TÉCNICAS ULTRA-SÓNICAS

#### 5.2.1. Técnica de Frequência de Ressonância

Esta técnica é sensivelmente afetada pelo teor de umidade e integridade física das amostras de cimento (fiss<u>u</u> ras).

Em amostras não saturadas, ressonâncias expúrias causam interferências que dificultam a identificação do modo fundamental de vibração afetando também a reprodutibilidade do ensaio.

O posicionamento da amostra entre os transdutores (centralização e pressão) é a principal causa da dispersão de resultados em amostras saturadas. Esta dispersão implica em menor confiabilidade do método, tendo-se em vista os equipamentos utilizados.

Tomando-se apenas os resultados de ensaios das amostras saturadas, a precisão dos resultados é suficiente para a análise comparativa proposta. Observa-se, contudo , menor sensibilidade, em relação ao método de velocidade de pulso, em termos de variação da frequência de ressonância como indicativo da alteração de estrutura da pasta de cime<u>n</u> to.

#### 5.2.2. Técnica de Velocidade de Pulso

Esta técnica é também sensível ao teor de umidade do cimento, estando relacionada ás condições das camadas i<u>n</u> ternas da amostra,(43,51).

O pulso emitido produz o primeiro pico da sequên-

cia formada pelos pulsos refletidos na superfície da amostra, tornando imediata a sua identificação (FIGURA 1.14).

Amostras secas em estufa permanecem com a região central não fissurada (segundo observado em testes de rupt<u>u</u> ra não incluidos neste trabalho) proporcionando ainda uma boa leitura do tempo de trânsito do pulso nas amostras de cimento.

A dispersão dos resultados, cerca de duas a três vezes o valor da precisão de leitura do aparelho, é consid<u>e</u> rada suficiente para a análise comparativa em todos os TI-POS de procedimentos estudados.

Considerando a aparelhagem empregada, pode-se afirmar que esta técnica não é suficientemente sensível para distinguir o efeito da irradiação do efeito de temperatura, em termos de redução da velocidade do som no cimento, na o<u>r</u> dem de grandeza do fluxo integrado estudado .

A presente técnica permite, também, concluir que o efeito de um ciclo de temperatura é o mesmo que o de dois, seis e sete ciclos estudados, ou seja, o dano principal é produzido pelo primeiro ciclo de temperatura.

### 5.3. CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

#### 5.3.1. Objetivos Propostos

Foi desenvolvida uma metodologia de trabalho relativa ao estudo dos efeitos de irradiação em cimento portland ; os equipamentos e sistemas de segurança foram e<u>s</u> tudados, dimensionados e testados com resultados satisfató-

rios dentro dos objetivos propostos. A experiência adquirida nos trabalhos desenvolvidos cristaliza-se na forma de i<u>n</u> fra-estrutura experimental básica, necessária ao desenvolv<u>i</u> mento de estudos mais profundos acerca dos efeitos de irradiação em concretos de vasos de pressão.

A aparelhagem disponível foi estudada detalhadamente e algumas sugestões relativas a seu aperfeiçoamento são apresentadas a seguir, juntamente com sugestões de ordem geral para obtenção de melhores resultados no estudo de efeitos de irradiação em cimento.

#### 5.3.2. Sugestões para Futuros Trabalhos

a) <u>APARELHAGEM</u>: Aquisição de aparelhagem atualiz<u>a</u>
da com dispositivos de controle de pressão dos transdutores
sobre as amostras e controle remoto para amostras altamente
ativadas.

 Leitura de frequência de ressonância e velocidade de pulso por sistema digital, disponíveis em aparelhagens modernas.

b) <u>MOLDAGEM</u>: Moldagem de apenas um lote com 50 ou mais amostras em moldes de PVC estanques, para evitar perda de água durante o processo de cura.

- Cura em temperatura constante.

- Estudo de argamassas de cimento e areia para comparação com o cimento.

 c) <u>ENSAIOS</u>: Manter todas as amostras submersas em água, inclusive durante às irradiações, eliminando os pro cedimentos TIPO3 e 5. (Irradiação após secagem em estufa, e controle ao ar livre após secagem em estufa). As amostras seriam retiradas da água apenas para a realização dos ensaios.

- Volume medido diretamente por imersão da amostra ėπ ãgua (recipiente graduado).
- O estudo da variação da taxa de perda e absorção de umidade pode indicar alteração de porosidade nas amos tras.
- Ensaios de ruptura para correlacionar velocidade de pulso ou frequência de ressonância com resistência me cânica do cimento.

d) IRRADIAÇÕES: Maiores períodos de irradiação re sultando em maiores fluxos integrados.

- Irradiações em temperaturas mais baixas com amostras submersas em água para evitar perda de umidade.
- Simulação do aquecimento y do reator em forno de micro-ondas.
- Estudo de monitoração de temperatura no interior da massa da amostra durante irradiação e simulação de temperatura.

Estudos paralelos de efeitos de temperatura.

- Dosímetros instalados diretamente nas amostras ( cobre ou níquel → reação <sup>58</sup>Ni(n,p)<sup>58</sup>Co, para fluxos até  $4 \times 10^{19}$  mvt).

e) ANÁLISE DE RESULTADOS: Estudo de maior número

de amostras:

- Estudo com dados emparelhados apenas.
- Análise estatísticas com:

£

- Modelo de distribuição de resultados
- Teste de hipóteses e comparação de médias.

### APENDICE 1

#### ENSAIOS PRELIMINARES

### 1 - INTRODUÇÃO

### 2 - ENSAIOS DE FREQUÊNCIA DE RESSONÂNCIA

- a) Amplitude de Vibração.
- b) Reprodutibilidade com Líquidos de Acoplamento.
- c) Precisão de Leitura dos Picos.
- d) Número de Leituras.
- e) Influência do Teor de Umidade.
- f) Reprodutibilidade do Pico de Ressonância.
- g) Ensaio de Redução de Comprimento.
- h) Conclusão.

•

### 3 - ENSAIOS DE VELOCIDADE DE PULSO

- a) Precisão de Leitura.
- b) Reprodutibilidade.
- c) Ensaios de Redução de Comprimento.
- d) Conclusão.

### 4 - PROGRAMA DE ENSAIOS

#### 1 - INTRODUÇÃO

As dimensões das amostras de cimento são definidas basicamente em função das características geométricas da cai xa de irradiação (gresil) e dispositivo de irradiação. A r<u>e</u> lação altura-diâmetro da amostra, igual a dois, permite est<u>i</u> mar a frequência de ressonância a partir dos resultados dos testes de velocidade de pulso (item 2.3.1). A facilidade de manuseio, simplicidade nos ensaios, massa de cimento ativada e a consequente blindagem necessária são fatores também considerados.

A aparelhagem utilizada deve ser adequada às carac terísticas das amostras em estudo. A série de testes descrita a seguir tem por objetivo determinar a resolução dos aparelhos utilizados, a precisão de leitura, a identificação da frequência fundamental de ressonância e a reprodutibilidade dos resultados.

OBS.: Nestes testes foi utilizado um osciloscópio TECTRO-NICS 7904 equipado com frequencímetro digital 7D15.

#### 2 - ENSAIOS DE FREQUÊNCIA DE RESSONÂNCIA

A frequência fundamental de ressonância é aqui identificada e a reprodutibilidade dos resultados é estudada em função das condições do ensaio (posicionamento da amostra, resinas de acoplamento, umidade ambiente, comprimento-altura da amostra).

#### a) Amplitude de Vibração

A amplitude de vibração na amostra varia em função da frequência emitida pelo gerador. Em uma escala adequada , registra-se esta amplitude em intervalos de 400 Hz na faixa de 4 a 40 KHz. A curva assim obtida é denominada "curva de ressonância". São feitas cinco leituras dessa curva (90 pontos em cada leitura), observando seu deslocamento devido ao reposicionamento da amostra entre os transdutores entre cada leitura.

Foram levantadas 30 curvas de ressonância (3 amo<u>s</u> tras saturadas) sendo encontrados quatro picos de amplitude na faixa estudada (~4-10-27-31 KHz). A identificação do modo fundamental de vibração é descrita nos itens (d) e (e).

### b) Reprodutibilidade com Líquidos de Acoplamento

A reprodutibilidade das "curvas de ressonância" é estudada aplicando-se líquidos ou pastas na superfície de contacto transdutor-amostra. Estas substâncias contribuem p<u>a</u> ra a melhor transmissão da onda mecânica (FIGURA A.1.1).





Concluiu-se, após o estudo de 80 curvas, que, nas condições de trabalho existentes,o uso de tais substâncias não afeta a reprodutibilidade das curvas de ressonância. A inflitração do líquido ou pasta na massa de cimento causa ainda a contaminação da amostra, que pode resultar em certos inconvenientes no caso de amostras irradiadas.

Um maior cuidado no posicionamento da amostra (cen tralização e ajuste das superfícies de contacto) e um ajuste de pressão mais preciso (deslocamento da mola) podem contribuir significativamente para a melhor reprodutibilidade da "curva de ressonância".

#### c) Precisão de Leitura dos Picos

A partir desta etapa, apenas os "PICOS" de amplit<u>u</u> de são estudados.

Três séries de 10 leituras dos PICOS são realizadas, reposicionando-se a amostra após cada série. Este proc<u>e</u> dimento é repetido em três amostras em condições de umidade específicas: saturada, seca ao ar livre, seca em estufa. A precisão de leitura é avaliada pelo desvio padrão das leituras realizadas:

REGIÃO DE RESSONÂNCIA (KHz)	DESVIO PADRÃO (KHZ)
5	0,004
10	0,005
27	0,014
31	0,036

(medidas realizadas com osciloscópio TECTRONICS 7904).

OBS.: O Osciloscópio empregado nos ensaios de caracterização (item 2.2.1) resulta em precisão de leitura de aproximadamente 0,2 KHz em toda faixa de frequências estudada (4-40 KHz) e o desvio padrão nos ensaios de reprod<u>u</u> tibilidade em amostras saturadas é da ordem de 0,8 KHz.

d) Número de Leituras

O valor numérico da frequência de ressonância é afetado pelo posicionamento da amostra entre os transdutores (centralização e pressão). Esta variação é causada pela superposição dos três modos principais de vibração: longitudinal, transversal e de superfície.

São feitas 10 leituras da série de picos, reposicionando-se a amostra após a leitura de cada série. A pressão dos transdutores sobre a amostra é regulada pelo desloc<u>a</u> mento Al Pré-estabelecido de uma mola do sistema (FIGURA 2.6). A média de 10 leituras em qualquer região de resso nância é igual á média de 5 leituras na região correspondente e o desvio padrão apresenta uma alteração da ordem de 10%.

Considera-se que 5 leituras são suficientes para identificar um pico de ressonância qualquer.

e) Influência do Teor de Umidade

O teor de umidade (água livre) presente na amostra afeta diretamente o valor da frequência de ressonância. Este ensaio demonstra qualitativamente esta influência e avalia quantitativamente a variação da F R no período de ensaio de um lote (~ 20 minutos).

Λ leitura dos picos é feita com intervalos de 5 mi nutos sem reposicionamento da amostra no decorrer do ensaio.

Foram estudadas as três condições básicas de umid<u>a</u> de (FIGURA A.1.2):

 <u>Amostra inicialmente saturada</u>: observa-se uma redução da frequência de ressonância em função da perda de umidade da amostra.

 <u>Amostra seca em atmosfera ambiente</u>: a F R não se altera no período de ensaio (2 horas).

 <u>Amostra seca em estufa</u>: a absorção de úmidade pelo cimento causa aumento da F R.

A variação do teor de umidade implica na variação da massa da amostra causando também uma variação da velocidade do som no meio, o que contribui para a alteração da fr<u>e</u> quência de ressonância.



FIGURA Al.2 - Influência da umidade na estabilidade da frequência de ressonância:

- 1. Saturada
- 2. Seca ao ar livre
- 3. Seca em estufa

# f) Reprodutibilidade do pico de ressonância

O resultado obtido em um ensaio é confiável se for reprodutivel, mantendo-se constantes as condições do ensaio. São estudadas 8 amostras em 4 condições de umidade (2 em cada). Em cada condição de umidade são realizados sete ensaios com intervalos de 48 horas entre si.

#### CONDIÇÕES DE UMIDADE:

 <u>Atmosfera ambiente</u>: duas amostras são ensaiadas após permanecerem em atmosfera ambiente cerca de 90 dias .
Permanecem em atmosfera ambiente no decorrer do teste.  2. Processo de saturação: duas amostras são ensaia das após permanecerem em atmosfera ambiente cerca de 90 dias.
São levadas à uma câmara saturada onde permanecem no decorrer do teste.

 <u>Ambiente saturado</u>: duas amostras permanecem em câmara saturada sendo daí retiradas apenas para realização do ensaio.

 <u>Secagem em atmosfera ambiente</u>: duas amostras são retiradas da câmara saturada e ensaladas. Permanecem em atmosfera ambiente no decorrer do teste.

Observa-se a influência das condições de umidade na reprodutibilidade do pico de ressonância na faixa de 25-30 KHz. As amostras mais afetadas são aquelas que perman<u>e</u> ceram em atmosfera ambiente (os três últimos ensaios foram realizados em dias chuvosos, quando a umidade ambiente permanece próxima a 100%), (FIGURA A1.3).

Este teste evidencia a sensibilidade da técnica as condições de umidade do cimento. A melhor estabilidade ( reprodutibilidade) é obtida com amostras em câmara saturada , onde a variação de umidade (absoluta) é função somente da temperatura, não causando variação significativa nos result<u>a</u> dos considerando-se a precisão de leitura no ensaio.



FIGURA Al.3 - Influência das condições de umidade na reprod<u>u</u> tibilidade da F.R.

OBS.: cada ponto representa a média de 5 leituras.

## g) Ensaios de Redução de Comprimento

A identificação da frequência fundamental de resso nância é feita repetindo-se o ensaio de uma amostra cujo com primento é reduzido a cada ensaio. Os picos menos sensíveis à variação do comprimento são atribuidos à ressonância do sistema (transdutores- mola), (FIGURA A1.4).



FIGURA Al.4 - Influência do comprimento da amostra na frequência de ressonância.

O teste fornece ainda uma avaliação quantitativa da sensibilidade da F.R. em função da variação de comprimento da amostra (L-60 mm):

> ΔL - 5 mm ΔFR - 0,3-0,5 KHz

A uniformização de comprimento das amostras de um mesmo lote é feita com precisão de  $\pm$  1 mm, causando variação na F R de cerca de  $\pm$  100 Hz, sendo assim menor que a precisão de leitura dos picos ( $\pm$  200 Hz).

### h) Conclusão

A frequência fundamental de ressonância das amostras estudadas é identificada pelo ensaio de redução de comprimento e confirmada pelos ensaios de reprodutibilidade em condições de umidade variáveis. Situa-se entre 25-30 KHz e a precisão de leitura é cerca de  $\pm$  0,2 KHz.

O teor de umidade do cimento afeta significativamente o valor da F R . Amostras saturadas apresentam menor dispersão de médias ( melhor reprodutibilidade) - cerca de 0,3-0,4 KHz, estando próxima a precisão de leitura.

Os testes descritos evidenciam a importância da realização de ensaios com amostras em condições de umidade semelhantes para que a comparação de resultados seja possivel.

#### 3 - ENSAIOS DE VELOCIDADE DE PULSO

.

#### a) Precisão de Leitura

A velocidade de um pulso ultra-sônico é calculada pela relação  $h/t_{tr}$  onde h (ou  $\ell$ ) é o caminho percorrido pelo pulso (altura ou comprimento da amostra) e  $t_{tr}$  é a defasagem entre o pulso emitido e o recebido, medida diretamente em  $\mu$ s na tela do aparelho.

A pressão exercida pelos transdutores sobre a amostra afeta a amplitude do pico emergente influindo na precisão de leitura (identificação do início do pulso) , (FIGU-RA A1.5).



FIGURA Al.5 - Incerteza de leitura no teste de velocidade de pulso . a = região de início do pulso (incerteza de leitura).

a = região de inicio do pulso (incerteza de leitura). $<math>a_1 = maior pressão transdutor-amostra$  $<math>a_2 = menor pressão transdutor-amostra$ 

A precisão de leitura indicada pelo ensaio de 3 amostras (60 leituras) é cerca de ± 0,2 µs.

OBS.: considerando a variação máxima encontrada nos ensaios

 $|E_1 - E_6| : \Delta t_{tr} - 4 \mu s$ 

t

incerteza: 10%

precisão de leitura ± 0,2µs

INSTITUTE OF FRODUCT SEMERGET OFSE NUCLEARES

#### b) Reprodutibilidade

Uma série de 15 ensaios é realizada em um lote (10 amostras) mantido em câmara saturada. Uma amostra padrão, de acrílico, é ensaiada antes e após o ensaio do lote para referência de calibração do aparelho.

A dispersão dos valores de  $t_{tr}$  observada é cerca de 0,2 µs, sendo numericamente igual à precisão de leitura . Considera-se que duas leituras são suficientes para caracterizar a velocidade de pulso no material.

### c) Ensaios de Redução de Comprimento

Uma série de nove ensaios é realizada em duas amo<u>s</u> tras (a<sub>1</sub>: saturada, a<sub>2</sub>: seca em estufa), cujo comprimento é reduzido progressivamente a cada ensaio. Para efeito comparativo, realiza-se também o ensaio de frequência de ressoná<u>n</u> cia (período na ressonância).

Observa-se maior sensibilidade do t<sub>tr</sub> à redução de comprimento (FIGURA Al.6):

- <u>ttr</u>: diretamente proporcional ao caminho percorrido pe lo pulso, apresentando distanciamento progressivo dos valores de período de ressonância (P R ). A ve locidade de pulso mantem-se constante, sendo indicada pela inclinação da reta;
- P R : É relacionado à massa da amostra e a velocidade de propagação da onda mecânica. É menos sensível à variação de comprimento.

A magnitude da dispersão dos valores de período de

ressonância corresponde à variação de comprimento de cerca de 2 a 3 mm.

# OBS.: t<sub>tr</sub> : tempo de trânsito do pulso ultra-sônico na amostra.

P R : período de onda na frequência de ressonância.



OBS.: amostra saturada. O teste com amostra seca em estufa <u>a</u> presenta resultados semelhantes, com maior dispersão nos valores de período na ressonância -(PR). Notar que, para altura = 60mm, onde a relação h/d = 2, a relação 2t<sub>tr</sub>/P<sub>R</sub> ~ 1,0.

#### d) Conclusão

A vantagem principal da técnica de velocidade de pulso reside na precisão, reprodutibilidade e simplicidade de aplicação, características estas que se revestem de particular importância nos ensaios com amostras irradiadas.

A dificuldade básica encontra-se na leitura óptica do tempo de trânsito: a incerteza na identificação de início do pulso introduz um erro que pode se tornar significativo no caso de pequenas variações nas propriedades da amostra.

Esta técnica mostra-se também sensível à variação do teor de umidade no cimento.

#### 4 - PROGRAMA DE ENSAJOS

A série de ensaios preliminares aponta a importância das condições de umidade do cimento na reprodutibilidade dos resultados. A comparação dos valores de FR e Vp só é representativa quando as mesmas condições experimentais são estabelecidas. O programa de ensaios (item 2.3.2; FIGURA 2.9) é definido basicamente em função das condições de umidade das amostras (6 ENSAIOS) e da história de temperatura do cimento (5 TIPOS de procedimento: APÊNDICE 4), (FIGURA A1.7).



FIGURA A1.7 - Condição de umidade das amostras nos ensaios.

€,

Comparação de resultados: ENSAIO 1 e 6 + amostras saturadas ENSAIO 2 e 5 + amostras secas ENSAIO 3 e 4 + não se faz análise comparativa: apenas avalia-se a tendê<u>n</u> cia de comportamento das médias.

111.

## APÉNDICE 2

## IRRADIAÇÃO PROTOTIPO

1 - INTRODUÇÃO

۲

2 - CARACTERÍSTICAS NUCLEARES DAS AMOSTRAS

- a) Principais Componentes
- b) Operação de irradiação
- c) Monitoração das amostras
- d) Identificação dos Elementos Ativados

3 - VALIDADE DAS INFORMAÇÕES

1 - INTRODUÇÃO

8

O cimento é um material cerâmico formado por compostos complexos com presença de impurezas provenientes das jazidas de matéria prima e água de amassamento. A irradiação por neutrons rápidos e térmicos pode tornar ativados a<u>l</u> guns destes elementos. A atenuação da radiação gama produz calor, que causa elevação de temperatura na massa do material. Duas irradiações protótipo foram realizadas com os objetivos seguintes:

<u>Irradiação "0"</u>: irradiação de uma amostra para teste do dispositivo e procedimentos de irradiação, determ<u>i</u> nação do período de decaimento inicial (tubo submerso na piscina do reator), levantamento do nível de dose a distâncias progressivas da amostra (atenuação da radiação no ar ) e da curva de decaimento, identificação dos elementos ativa dos e decaimento de cada elemento em multicanal ;

<u>Irradiação "00":</u> irradiação de 4 amostras para desenvolvimento dos procedimentos de irradiação, obtenção da curva de temperatura das amostras sob irradiação ( APÊN-DICE 4), determinação do período de decaimento inicial (tubo submerso), confirmação da curva de decaimento das amostras, desenvolvimento e teste dos sistemas de segurança e proteção radiológica (APÊNDICE 3).

### 2 - CARACTERÍSTICAS NUCLEARES DAS AMOSTRAS

a) Principais componentes

O cimento é constituidos por 7 elementos principais agrupados em compostos complexos e elementos secund<u>á</u> rios em pequenas guantidades sob forma de óxidos:

#### ELEMENTOS PRINCIPAIS

AL Ca Fe S S<sub>i</sub> O H

#### ELEMENTOS SECUNDÁRIOS

Mg Na K L<sub>i</sub> T<sub>i</sub> Ba Cr V P B Mn As Sb Mo Sr Zn W

As impurezas presentes são características de uma partida de cimento em particular e devem estar presentes em quantidades inferiores a 1%. A pasta de cimento apresenta ainda as impurezas trazidas pela água de amassamento.

b) Operação de Irradiação - Resumo

1. dispositivo inserido no caroço - reator "desligado".

- Registrador de temperatura permanece ligado durante todo o período de irradiação (24 horas/dia).
- Gêlo do sistema de referência do termo-par renovado diáriamente - (antes da partida do reator).
- anota-se pelo menos 4 pontos de referência horária na curva de temperatura.
- 5. Pressão indicada pelo manômetro conferida pelo menos 4 vezes ao dia (P~0,1 atm devido à elevação de

temperatura).

- Amostras TIPO 4 (simulação de temperatura) são manti das em estufa simultaneamente aos ciclos de operação do reator.
- 7. Completado o período de irradiação, o dispositivo é retirado do caroço (reator desligado), alivia-se a pressão no interior do tubo; a mistura ar-argônio é coletado por um dispositivo de sucção de gases ( o detetor não indica radioatividade no gás).
- 3. Mantendo-se o tubo de irradiação parcialmente submerso procede-se à operação de troca de tubos. O tubo contendo amostras irradiadas é vedado, convenientemente identificado e ancorado à borda da piscina para decaimento inicial das amostras.
  - OBS.: foram utilizados 4 tubos de irradiação e dois termopares , utilizados alternadamente.
- 9. Após certo período de decaimento as amostras são transferidas para castelos de chumbo e o tubo é reutilizado em irradiações seguintes.

### c) Monitoração das Amostras

O decaimento inicial é acompanhado efetuando-se monitorações periódicas, retirando-se parcialmente o tubo da água até que a aproximação das amostras seja possível dentro dos limites de dose recomendados pela I.C.R.P. ( International Comission of Radiological Protection). O período mínimo no caso das amostras em estudo é de 30 dias. OBS.: a permanência do tubo submerso na piscina do reator é extendido ao período máximo permitido pelo esquena de rodízio de tubos (cerca de 40-60 dias nas irradiações finais).

A observação do decaimento de cada amostra é realizada utilizando-se um detector VICTOREEN 4.4.4. As leituras são feitas a distâncias de aproximadamente: 0 (superficie) - 5-10-20-30-50 centímetros da amostra (FIGURA A2.1).

O cimento estudado mostrou-se sensível em termos de ativação à pequenas variações do fluxo integrado (FI-GURA A2.2). O alinhamento dos pontos neste gráfico indica a proximidade do fluxo integrado teórico (calculado a partir do fluxo instantâneo médio) e do fluxo integrado real nas amostras estudadas.

OBS.: o decaimento das amostras irradiadas (Lote 1,2,3,4,5, 6,) é acompanhado com base nos gráficos obtidos na irradiação "00" (8 gráficos) (FIGURA A2.1). As leituras são feitas a 10 e 50 cm de distância da amostra mais ativada do lote.



FIGURA A.2.1(a) -	· Decaimento da radiação	$\beta + \gamma$ - amostra de
R = rapido	cimento mais ativada -	atenuação da ra-
	diação no ar: leituras	a distâncias: 0
T = térmico	(superffcie) - 5-10-20-	-30-50 cm.



FIGURA A2.1(b) - Decaimento da radiação  $\gamma$  amostra de cimen-R = rápido T = térmico T = térmico  $Decaimento da radiação <math>\gamma$  amostra de cimento mais ativada - atenuação da radiação no ar: leituras a distâncias: 0 (superfície)-5-10-20-50 cm.



٦

۶

FIGURA A2.2 - Influência do fluxo integrado na ativação das amostras.

- R rāpido
- T = térmico

#### d) Identificação dos Elementos Ativados

D espectro de emissão radioativa de uma amostra é analisado em um multicanal HEWLET PACKARD de 8192 canais equipado com detector de germânio lítio. A contagem é feita com a amostra posicionada a 20 cm de altura no porta amostras e o tempo de contagem é 5 minutos. A observação do decaimento de cada pico de energia permite a confirmação dos elementos identificados.

OBS.: leituras a 31-45-74-118-146-178-233 dias de decaimento.

Foram encontrados 17 picos de energia com amplit<u>u</u> de significativa, nas condições descritas. Os picos de maior amplitude se localizam nas energias de 839,9 e 1121,8 keV (TABELA A2.1; FIGURA A2.3).



FIGURA A2.3 - Espectro de emissão radioativa do cimento estudado.

Þ

ENERGIA (keV)	PF	ROVÁVEL ELEMENTO	1/2 <u>VIDA</u>
39,02 44,46 58,54 66,54 73,90 83,82		região de raio X	
120,63	*	152 <sub>Eu</sub>	12,3 a
144,31	*	<sup>141</sup> Ce	40 d
192,20		<sup>59</sup> Fe	45 d
311,88	*	233 <sub>Pa</sub>	27,4 đ
344,52		<sup>152</sup> Eu	12,2 a
409,93	*	166 <sub>H</sub>	30 a
442,90	*	180 <sub>Hf</sub>	5,5 a
482,81	*	131HE	42,5 d
513,84	*	<sup>85</sup> Sr	64 d
778,61	*	<sup>152</sup> Eu	12,2 a
835,48	*	<sup>54</sup> Mn	<b>29</b> 1 d
889,88	*	4 <sup>6</sup> Sc **	B3,9 đ
1100,60	*	<sup>59</sup> Fe	45,1 d
1121,76	*	<sup>46</sup> Sc **	83,9 d
1174,80	*	<sup>bV</sup> Co	5,24 a
1294,48	*	<sup>59</sup> Fe	45,1 d
1335,28	*	00 <sup>00</sup> Co	5,24 a

TABELA A2.1 - Prováveis elementos ativados no cimento estudado. d: dias a: anos

\* Decaimento acompanhado em multicanal.

\*\* Picos de maior amplitude.

t

121.

#### 3 - VALIDADE DOS RESULTADOS

O conhecimento das características nucleares das amostras está principalmente relacionado ao aspecto de segurança. A execução do programa de ENSAIOS (item 2.3.2) con sidera o nível de dose em cada operação e procura distribuir as doses uniformemente em cada etapa de trabalho do período de irradiações e ENSAIOS.

Os elementos ativados podem ser classificados, em sua maioria, como impurezas da pasta. O tipo e a concentração dessas impurezas pode variar dentro de uma mesma jazida de matéria prima (calcário e argila). O espectro de emissão radioativa e o nível de dose encontrados são, portanto, característicos aos lotes estudados, não sendo possível uma generalização dos resultados ao cimento em geral.

### 122.

## APÉNDICE 3

#### SISTEMAS DE SEGURANÇA

1 - INTRODUÇÃO

## 2 - LIMITES DE DOSE

- a) Limites anuais e trimestrais
- b) Campo de radiação
- c) Atenuação da radiação β em luvas de borracha

## 3 - NÍVEL DE DOSE

•

- a) Trradiação
- b) Ensaios
- c) Estocagem final

#### 1 - INTRODUÇÃO

٦

O desenvolvimento dos sistemas de segurança é fei to com base nas normas recomendadas pela I.C.R.P. (International Comission of Radiological Protection). Considerando que são ainda pouco conhecidos os efeitos biológicos de bai xas doses de irradiação em períodos prolongados de exposição, procurou-se manter "tão baixo quanto possível,ou razoa velmente alcançavel", o nível de dose nas operações e ensaios, respeitando os limites anuais e trimestrais estabel<u>e</u> cidos pela comissão.

Três elementos devem ser considerados na proteção contra radiações ionizantes: <u>TEMPO</u> de exposição, <u>DISTÂNCIA</u> da fonte emissora e <u>ANTEPARO</u> entre a fonte e o elemento a ser protegido.

As atividades que não envolvem a manipulação de materiais radioativos requerem cuidados de ordem geral; par ticularmente na operação de mistura, moldagem e regularização de superfície das amostras de cimento, devem ser utilizadas luvas de borracha e máscara (filtros de papel) para proteção contra agressão química do pó de cimento na pele e mucosa nasal.

O uso de luvas de borracha é indispensável nas operações com o dispositivo de irradiação (posicionamento , transporte, troca de tubos) devido a contaminação das partes pela água da piscina.
#### 2 - LIMITES DE DOSE

٦

h.

#### a) Radiação Natural

Fontes naturais de radiação (minerais radioativos no solo, ar, água, alimentos, etc...), implicam em uma dose de radiação ambiente em torno de 10 micro roentgens/hora . Em certas regiões do planeta esta dose pode atingir cerca de 100 a 200 micro roentgens/hora (sudoeste da India e Sul do Espírito Santo, Brasil) e até mesmo 1,5 mili roentgen/ hora (morro do ferro - Poços de Caldas, MG), (53).

Os limites de dose recomendados pela ICRP, representam a "dose de radiação ionizante de tal magnitude que , à luz dos conhecimentos atuais, não é de se esperar que uma exposição a essa taxa durante um período indefinido de tempo, venha a causar danos apreciáveis a uma pessoa em qualquer época da vida" ,(53).

OBS.: a radiação interagindo com a matéria (tecido) provoca ionização, isto é: "arranca" elétrons das camadas externas dos átomos. a transformação de átomos em ions tem repercussões de ordem química que acarretam efeitos biológicos ,(53).

> l Roentgen =  $10^{17}$  ionizações no corpo humano médio l Roentgen no ar = l RAD em tecidos moles = l REM para radiação  $\beta$  e  $\gamma$  = 10 Milisievert (mSv).

b) Limites Anuais e Trimestrais

Limite anual de dose é o valor máximo permissível

de dose acumulada em um período qualquer de um ano. A dose máxima permissível em uma exposição é limitada à dose trimestral desde que este valor não seja ultrapassado em um período qualquer de três meses.

出

Os limites derivados correspondem à dose horária que, se recebida 8 horas por dia, 5 dias por semana e 50 s<u>e</u> manas por ano, acumularia o valor do limite anual de dose estabelecido pela norma.

	LIMITE	DE DÔSE	LIMITES		
	ANUAL	TRIMESTRAL	DERIVADOS		
UNIDADE	mS∨	mSv	µSv/h		
Corpo					
Medula	50	30	25		
			<u> </u>		
Antebraços	75.0	400	375		
Pés	/50	400	375		
Tornozelos					
Pele exceto					
item ante-	300	150	150		
rior					
Osso					
Tireoide	300	150	150		
Demais orgãos	150	80	75		

TABELA A3.1 - Limites de dose recomendados pela I.C.R.P. (International Comission of Radiological Protection).

#### c) Campo de Irradiação

٦

A radiação β, que apresenta maiores níveis de dose nas amostras em estudo, possui baixo poder de penetração sendo consideravelmente atenuada nas camadas de ar próximas ā amostra (~ 20 cm).

A radiação γ, de maior intensidade, é reduzida a 6% do valor inicial à distância de 20 cm da amostra.

Devido à atenuação da radiação no ar, as mãos e antebraços do operador são axpostos à niveis próximos aos limites derivados anuais (FIGURA A3.2). O restante do corpo permanece protegido, sendo ocasionalmente exposto aos limites derivados anuais.

O manuseio de amostras irradiadas é feito por intermédio de pinças de alumínio, estando as mãos protegidas da radiação β por luvas de borracha (item d), (FIGURA A3.1).



FIGURA A3.1 - Pinças de alumínio.



л.

4

FIGURA A3.2 - Atenuação da radiação no ar.

OBS.: LD m: limite derivado - mãos LDc: limite derivado - corpo todo.

## d) Atenuação da Radiação & em Luvas de Borracha

O alto nível de radiação  $\beta$  nas proximidades da amostra requer proteção adicional para as mãos, além do emprego de pinças. O uso de luvas de borracha produz uma redu ção da dose  $\beta$ , variável com a distância (FIGURA A3.3). A r<u>a</u> diação  $\gamma$  não é sensivelmente atenuada na espessura da borr<u>a</u> cha da luva.



FIGURA A3.3 - Atenuação da radiação β em luvas de borracha anti-derrapante.

## 3 - NÍVEL DE DOSE NAS OPERAÇÕES

a) Irradiação

A operação de irradiação implica em dose absorvida pelo corpo todo ao nível de radiação de fundo local (sala do reator) em torno de l0  $\mu$ Sv/h.

O gás recolhido pelo sistema de sucção de gases (gás sob pressão no dispositivo de irradiação) não apresenta radiação detectável pelos aparelhos de monitoração em uso.

Operação de troca de tubos: Na região cilíndrica formada pelo prolongamento virtual do tubo a dose observada (decaimento: 17 horas) é cerca de 100 µSv/h. Na região circunvizinha a dose corresponde à radiação de fundo local (FIGURA A3.4).



A transferência das amostras para castelo de chumbo é feita após, pelo menos, 32 dias de decaimento na piscina do reator (FIGURA A3.5). A dose na superfície do castelo é, nessa ocasião, cerca de 600 µSv/h (FIGURA A3.6).



1

FIGURA A3.5 - Transferência das amostras para castelo de chumbo.

No transporte das amostras (feito. em 2 castelos de chumbo) a distância mínima entre corpo e o castelo é de aproximadamente 130 cm. (FIGURA A3.7). A dose nesta região é menor que 0,4 µSv/h.



FIGURA A3.7 - Transporte dos castelos de chum bo.

A transferência das amostras para castelo de chumbo é feita após, pelo menos, 32 dias de decaimento na piscina do reator (FIGURA A3.5). A dose na superfície do castelo é, nessa ocasião, cerca de 600 µSv/h (FIGURA A3.6).



FIGURA A3.5 - Transferência das amostras para castelo de chumbo.

No transporte das amostras (feito em 2 castelos de chumbo) a distância minima entre corpo e o castelo é de aproximadamente 130 cm (FIGURA A3.7). A dose nesta região é menor que 0,4 µSv/h.



FIGURA A3.7 - Transporte dos castelos de chum bo.



FIGURA A3.6 - Castelo de chumbo.

Volume de chumbo : 980,18 cm<sup>3</sup> Peso do castelo: 11 115g

#### b) <u>Ensaios</u>

O período de decaimento entre a irradiação e o ENSAIO 4 varia entre 41 e 70 días (APÉNDICE 6). Nas vésperas deste ensaio faz-se uma monitoração de área da amostra mais ativada do lote.

No decorrer das diversas etapas de um ENSAIO (item 2.3.1) as amostras irradiadas são separadas em 2 castelos (amostras sem secagem prévia, amostras secas em estufa). Em todas as etapas utiliza-se luvas de borracha e pinças de alumínio:

 MEDIDA DE COMPRIMENTO: realizada com paquímetro. Tem duração máxima de 60 segundos (4 amostras). Utiliza-se como proteção um muro de chumbo (5 cm de espessura) e a mesa de concreto (10 cm de espessura), (FIGURA A3.8).



FIGURA A3.8 - Medida das dimensões de amostras irradiadas.

2. <u>PESAGEM DAS AMOSTRAS</u>: a atenuação da radiação no ar e no vidro de proteção da balança permite a operação de pesagem sem o uso de dispositivos especiais de proteção. A operação tem duração máxima de 2 minutos (FIGURA A3.9).



FIGURA A3.9 - Pesagem das amostras irradiadas.

<u>ENSAIO DE RESSONÁNCIA</u>: proteção de muro de chumbo com 5 cm de espessura; duração de ensaio - 10 segundos.

Os possíveis resíduos de cimento irradiado desprendidos das amostras pela ação do posicionamento são reco lhidos pelo papel toalha que reveste uma calha de alumínio (comprimento 20 cm) localizada sob a amostra (FIGURA A3.10).



FIGURA A3.10 - Ensaio de re<u>s</u> sonância - Pr<u>o</u> teção contra contaminação. 4. ENSAIO DE VELOCIDADE DE PULSO: proteção de muro de chúmbo com 5 cm de espessura. Duração máxima do ensaio: 60 segundos.

OBS.: uso de luvas de borracha (FIGURA A3.11).



FIGURA A3.11 - Ensaio de velocidade de pulso em amostras irradiadas.

A disposição dos aparelhos é planejada em função da simplicidade e segurança nos ensaios (FIGURA A3.12).



FIGURA A3.12 - Disposição dos aparelhos na montagem utiliza da nos ensaios.

- a) estabilizador de tensão. f) transdutores de
- b) gerador de funções.
- c) mesa e transdutores (FR).
- d) osciloscópio.
- e) gerador/receptor de pulso
- pulso
- g), muro de chumbo (e=5cm).
- h) posição do operador.
- i) castelos de chumbo.

5. SECAGEM DAS AMOSTRAS: as amostras irradiadas (TIPO 3) são levadas à estufa em um recipiente de papel de alumínio que recolhe possíveis resíduos de cimento ra-



(FIGURA A3.13), dioativo А superfície externa da estufa é monitorada e os níveis de dose são afixados nos locais correspondentes.

FIGURA A3.13 - Secagem de amostras irradiadas.

136.

6. DESCONTAMINAÇÃO: as amostras não irradiadas são ensaiadas em primeiro lugar. Terminando o ensaio do lote as pinças, paquímetro e transdutores são descontaminados com tetracloreto de carbono em algodão, as folhas de p<u>a</u> pel toalha são trocadas e as amostras são armazenadas em l<u>o</u> cal apropriado.

OBS.: o material utilizado na descontaminação é depositado em lixo radioativo.

137.

## APENDICE 4

## EFEITOS TERMICOS

1 - INTRODUÇÃO

2 - CURVAS DE TEMPERATURA

## 3 - SIMULAÇÃO EM ESTUFA

- a) Amostras irradiadas
- b) Amostras de controle
- c) Gradiente de temperatura
- d) Programa de ensaios

#### 1 - INTRODUÇÃO

A atenuação da radiação em um material produz calor causando aumento localizado de temperatura. Devido à baixa condutividade térmica do concreto (ou cimento) podem ocorrer elevados gradientes de temperatura no interior da massa, dando origem à tensões térmicas que, somadas às tensões causadas pelos efeitos de irradiação propriamente dito, levam a uma deterioração das propriedades mecânicas do material (item 1.1.1 e 1.1.2).

No caso específico das amostras de cimento submetidas à irradiação no IEA - R-l, a principal fonte de calor é a absorção da radiação gama emitida pelo elemento com bustível (y HEATING).

A história de temperatura das amostras foi estud<u>a</u> da na irradiação protótipo I - "00" e acompanhada nas demais irradiações com o objetivo de simular em estufa as condições térmicas das amostras irradiadas e, assim, disti<u>n</u> guir por comparação os efeitos de temperatura dos efeitos de irradiação propriamente ditos.

#### 2 - CURVAS DE TEMPERATURA

A história de temperatura obtida em todas irradiações (exceto I - "0") é semelhante em todos os ciclos diários de irradiação com variação de ± 8<sup>0</sup>C. Esta variação pode ser atribuida à imprecisão de leitura do registrador. Cerca de 10 minutos após atingida a criticalidade do reator, a temperatura das amostras atinge aproximad<u>a</u> mente  $130^{\circ}$ C (80% do valor máximo). A temperatura máxima de  $1.70^{\circ}$ C é alcançada 40 minutos após atingida a criticalidade e mantem-se estável até o fim do ciclo (inserção das barras de controle) , (FIGURA A4.la).

A redução de temperatura se dã por condução de energia térmica promovida pela circulação de água no caroço (caixa de irradiação) que refrigera toda a superfície do tubo de irradiação (FIGURA A4.1b).



OBS.: CT: ciclo de temperatura

#### 3 - SIMULAÇÃO DE TEMPERATURA

#### a) Amostras Irradiadas

O comprimento médio de relaxação para raios  $\gamma$  no concreto é cerca de 15 cm (item 1.1.2). Pode-se então co<u>n</u> siderar uma redução de intensidade da radiação  $\gamma$  de tal ordem que produza aquecimento uniforme da amostra de cimento (d = 3,0 cm). O gradiente e as consequentes tensões térmicas no início de operação do reator são, portanto, de ordem reduzida.

Quando, no término do ciclo de operação, as barras de controle são introduzidas no caroço,temos a interrup ção imediata dos raios  $\gamma$  prontos de fissão. A radiação  $\gamma$ proveniente do decaimento dos produtos de fissão não contr<u>i</u> bui significativamente para o aumento de temperatura no cimento (T~30<sup>O</sup>C). O resfriamento se dã gradualmente por co<u>n</u> dução. O gradiente térmico assim criado é diferente daquele produzido no aquecimento.

#### b) Amostras de Controle

A elevação de temperatura no interior da estufa causa, por condução, a elevação de temperatura na amostra de cimento. O ambiente ventilado e a pressão atmosférica con tribuem para maior perda de água e a consequente fissuração da amostra, que é visível a olho nú após o primeiro tratamento térmico.

Todas as amostras submetidas aos ciclos térmicos em estufa apresentaram elevado grau de fissuração (fissuras de até 0,5 mm).

#### c) Gradiente de Temperatura

Duas diferenças fundamentais relacionadas ao gradiente térmico nas amostras surgem em função dos diferentes modos de aquecimento:

 Em amostras irradiadas o aquecimento é resultante da absorção dos raios gama e pode ser considerado uni forme na massa da amostra.

 2. Em amostras de controle o aquecimento se dá por condução da energia térmica no sentido superfície-centro da amostra.

A curva de elevação e redução de temperatura é , provavelmente, diferente em cada caso: no caroço do reator, os raios y atingem intensidade máxima em poucos minutos , enquanto a elevação de temperatura na estufa é lenta; o re<u>s</u> friamento da amostra no caroço é acelerado pela circulação de água em torno do tubo de irradiação e pela convecção do ar dentro do tubo enquanto a dissipação do calor na est<u>u</u> fa é lenta e gradual.

O gradiente térmico na amostra e as consequentes tensões térmicas são diferentes em cada caso. Os resultados finais do presente trabalho (CAPITULO 3 e 4) indicam que, em termos de redução de velocidade de pulso e frequência de ressonância, estas diferenças não são detectáveis com os instrumentos disponíveis.

d) P<u>r</u>ograma de Ensaios

A importante ação da temperatura no cimento (e con

creto) faz necessária a simulação das condições térmicas de irradiação em amostras de controle. Nas amostras TIPO 4 (si mulação de temperatura) procura-se reproduzir a história de temperatura das amostras TIPO 3 (irradiadas após secagem prévia) a fim de possibilitar a distinção de efeitos de irradiação e efeitos de temperatura. As amostras TIPO 5 fo<u>r</u> necem referência para os efeitos da secagem prévia do cime<u>n</u> to nas amostras TIPO 3.

Estes procedimentos permitem, por intermédio de estudo comparativo, maior definição dos efeitos de cada pro cedimento em cada etapa de ENSAIO.

OBS.: a secagem prévia de amostras (T<sub>3,4,5</sub>) provoca grande perda de água (20% em peso) causando redução de resis tência anterior à irradiação (item 4.2). Os procedimentos TIPO 1 e 2 (controle ar livre e irradiação sem secagem prévia) possibilitam a observação da influência da secagem prévia no comportamento dos resultados.

# 144.

#### APÉNDICE 5

#### CALCULO DE PROPAGAÇÃO DE ERRO

1 - INTRODUÇÃO

.

.

## 2 - CÁLCULO DE PROPAGAÇÃO

- a) Volume
- b) Peso Específico
- c) Frequência de Ressonância Calculada
- d) Frequência de Ressonância Medida
- e) Velocidade de Pulso
- f) Velocidade de Pulso/Peso Específico
- g) Frequência de Ressonância Estudada/Frequência de Ressonância Observada
- h) Porcentagem de Água
- i) Módulo de Elasticidade Dinâmico

#### 1 - INTRODUÇÃO

Resultados experimentais estão sujeitos a erros que podem ser classificados em erros sistemáticos e erros aleatórios. Os erros sistemáticos estão presentes na mesma proporção em todas as medidas; os erros aleatórios surgem ao se repetir a medida de uma mesma quantidade, (52).

#### ERROS SISTEMATICOS

#### ERROS ALEATÓRIOS

 erros de calibração dos . erros de julgamento na leiinstrumentos tura
 vícios de leitura . flutuações nas condições de condições experimentais ensaio
 técnicas imperfeitas . pequenas perturbações
 uniformidade das caracterís ticas

Existem também os erros grosseiros devido ao processo de cálculo (erros de aproximação), equívocos ( erros de leitura), estabelecimento das condições de ensaio, cálculo dos resultados e erros caóticos, quando os desvios produzidos por perturbações no ensaio são maiores que o erro aleatório (estabilidade dos aparelhos).

Estes erros tendem a ser minimizados com um maior cuidado e atenção experimental, (52).

#### 2 - CÁLCULO DE PROPAGAÇÃO

Se um resultado "R" é calculado a partir de uma quantidade medida "x" por meio de uma relação teórica v = f(x), este resultado é afetado por um erro dR resultante dos erros "dx" da medida. A relação entre dR e dx pode ser determinada pelo cálculo diferencial; generalizando para "R" função de mais de uma variável independente temos:

$$V = f(x,y,z,...)$$
  
$$dv \sqrt{\left(\frac{\partial f(x,y,z,...)}{\partial x}\right)^2 dx^2 + \left(\frac{\partial f(x,y,z,...)}{\partial y}\right)^2 dy^2 + \left(\frac{\partial f(x,y,z,...)}{\partial y}\right)^2 dy^2 + \left(\frac{\partial f(x,y,z,...)}{\partial z}\right)^2 dz^2 + \cdots$$

A precisão de leitura das medidas introduz assim um erro nos resultados que limita o número de casas significativas dos valores calculados.

## PRECISÃO DAS QUANTIDADES MEDIDAS

Quantidade	Unidade	Precisã	Precisão de leitura			
Altura	(cm)	h,h h	<u>+</u>	0,005		
Diâmetro	(cm)	d,dd	<u>+</u>	0,005		
Peso	(gf)	P,PP	<u>+</u>	0,0005		
Tempo de trânsi- to	(µ\$)	t, <sub>t</sub>	<u>+</u>	0,2		
Período de Ress <u>o</u> nância	(µS)	t,t	<u>+</u>	0,2		

a) Volume (cm)

ą

$$\mathbf{v} = \frac{\pi \cdot \mathbf{x}^2 \cdot \mathbf{y}}{4}$$

$$\mathbf{x} = d: \text{ diametro}$$

$$d\mathbf{v} = \sqrt{\frac{\pi \cdot \mathbf{x} \cdot \mathbf{y}}{2}} \frac{2}{d\mathbf{x}^2} + \left(\frac{\pi \cdot \mathbf{x}^2}{4}\right)^2 \frac{2}{d\mathbf{y}^2}$$

$$d\mathbf{v} < 0.04 \text{ cm}^3$$

b) Peso Especifico gf/cm<sup>2</sup>  

$$o = \frac{x}{y} \qquad x = P + Peso
dv  $\sqrt[4]{\frac{1}{y}} \int_{qx}^{2} \frac{1}{(+\frac{x}{y^2})^2} \int_{qy}^{2} y = v + volume$   
dv  $\sqrt[4]{\frac{1}{y}} \int_{qx}^{2} \frac{1}{(+\frac{x}{y^2})^2} \int_{qy}^{2} y = v + volume$   
dv  $\sqrt[4]{\frac{1}{y}} \int_{qx}^{2} \frac{1}{(+\frac{x}{y^2})^2} \int_{qy}^{2} y = v + volume$   
dv  $\sqrt[4]{\frac{1}{y}} \int_{qx}^{2} \frac{1}{(+\frac{x}{y^2})^2} \int_{qy}^{2} \frac{1}{qy} \int$$$

5

## f) Velocidade\_de pulso/Peso Específico

٦

đ

$$\begin{split} & \nabla p/\rho = \frac{Y}{x} \quad K \\ & y = \nabla p \, \Rightarrow \, \text{velocidade} \quad \text{de} \\ & \text{pulso.} \\ & d\nabla p/\rho = \sqrt{\left| \left(\frac{1}{y} \right)_{x}^{2} + \left(\frac{-x}{y^{2}}\right)_{y}^{2} + \frac{x}{x^{2}} \right|^{2}} \\ & K = \rho \, \Rightarrow \, \text{Peso Especifico} \\ & K = + \, \text{constante para} \\ & \text{escala.} \\ & d\nabla p/\rho \, < \, 0.026 \end{split}$$

# g) <u>Frequência de ressonância estudada/Frequência</u> de <u>ressonância observada</u>

. •

FRe /FRo = 
$$\frac{x}{y}$$
  $x = FRe$   
dFRe /FRo =  $\sqrt{\left(\frac{1}{y}\right)^2 \frac{2}{dx} + \left(\frac{-x}{y^2}\right)^2 \frac{2}{dy}^2}$   $y = FRo$ 

dFRe /FRo < 0,02.

## h) Porcentagem de água

$$\Re H_2 O = \left| \begin{array}{cc} \frac{x - y}{x} \right| & K & x = \text{Peso inicial} \\ y = \text{Peso final} \\ K = \text{constante} = 100 \\ \\ d \Re H_2 O = \int \left| \left( -\frac{y}{x^2} \right)^2 dx^2 - \left( \frac{1}{x} \right)^2 dy \right| & K^2 \\ \\ d \Re H_2 O \leq 0,078 \end{array}$$

# i) Módulo de elasticidade dinâmico

j) <u>Médias</u>

$$M = \frac{x + y + z + ...}{n}$$

$$dia.$$

$$dM = \sqrt{\left| \left( dx \right)^2 + \left( dy \right)^2 + \left( dz \right)^2 ... \right|} \left( \frac{1}{n} \right)^2}$$

$$x, y, z = valores de me-dia.$$

$$n = n \tilde{u} mero de va-dia.$$

$$lores.$$

se  $dx = dy = dz = \dots$ 

đ

$$dm = \frac{dx}{\sqrt{n}}$$

INSTITUTO DE PESQUIDAS ENERGERICISE NUCLAPES

150.

APÉNDICE 6

PROGRAMA DE IRRADIAÇÃO E ENSAIOS

1 - INTRODUÇÃO

I

2 - INTERVALO ENTRE ENSAIOS

3 - <u>CICLOS DE IRRADIAÇÃO</u>

#### L – INTRODUÇÃO

A concepção do programa de irradiação e ensaios teve por base os resultados obtidos nos ensaios preliminares (APÊNDICE 1), e nas irradiações protôtipo (APÊNDI-CE 2). A influência de teor de umidade do cimento estabeleceu as concições de ensaio ( $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_3$ ,  $E_4$ ,  $E_5$ ,  $E_6$ ) e os estudos dos efeitos de temperatura definiram os TIPOS de procedimento adotados, ( $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$ ,  $T_4$ ,  $T_5$ ).

O teste final da operação de irradição (até à r<u>e</u> moção das amostras para o castelo) foi realizado minunciosamente na irradiação 1, onde todas as fases foram execut<u>a</u> das individualmente. As irradiações seguintes (2,3,4,5,6), foram realizadas em série seguindo o mesmo procedimento e<u>m</u> pregado na primeira.

O cronograma de irradiações e ENSAIOS á planejado em função da continuidade das operações de irradiação e do nível de dose nos ensaios com amostras irradiadas (tempo de decaimento).

#### 2 - INTERVALO ENTRE OS ENSAIOS

Em virtude de os ENSAIOS de cada lote terem sido realizados em épocas diferentes, sob condições ambientes diferentes, somente são comparáveis os resultados dos ensaios em condições controladas, isto é, saturadas ou secas em estufa. A idade das amostras (tempo de cura) e o intervalo entre os ENSAIOS são, contudo, de mesma ordem de grandeza - (TABELA A 6-1).

LOTE (IDADE EM DIAS)									
ENSAIO	1	2	3	4	5	6			
1	470	480	484	492	499	512			
ar livre	2	2	2	2	2	3			
2	472	482	486	494	501	515			
ar livre	2	3	3	5	4	3			
3	474	485	489	495	505	518			
ar livre	4	1	2	2	3	3			
irradiação	478	486	491	501	508	521			
ar livre	70	54	68	63	54	41			
4	548	540	559	564	562	562			
ar livre	2	2	2	2	2	2			
5	550	542	561	566	564	564			
saturação final	46	39	_13	11	8	7			
6	596	581	574	577	572	571			
<sup>8 н</sup> 2 <sup>0 Е</sup> 6	0,15	0,21	0,04	0,54	0,65	0,62			

LOTE (IDADE EM DIAS)

TABELA A6.1 - Intervalo de tempo entre os ENSAIOS em cada lote.

A porcentagem final de água presente nas amostras é semelhante em todos os lotes, indicando que o tempo de s<u>a</u> turação é menor ou igual ao tempo mínimo de sete dias (Lote 6).

## 3 - CICLOS DE IRRADIAÇÃO

As amostras são irradiadas diariamente das 9 às 17 h aproximadamente. São submetidas, portanto, a cinco cilos de irradiação não contínuos, isto é, com intervalos de 16, 64 e 88 horas (Figura 6.1). Estes intervalos parecem não ter influência significativa sobre as características estudadas.



Figura 6.1 - Intervalo entre os ciclos de irradiação.

A análise individual dos resultados de cada lote não apresenta evidências de efeitos de dispersão resulta<u>n</u> tes de diferentes períodos de irradiação.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

## .ABREVIAÇÕES

- -CNR : <u>Concrete for Nuclear Reactors</u> ; <u>International Semi-</u> <u>nar on ... Held at the Bundesanstalt für Material</u> <u>Sprüfung. Berlin, 5.9 October 1970</u>. Detroit, American Concrete Institute, Special Publication SP-34, 1972.
- IME : Experience in the Design, Construction and Operation of Prestressed Concrete Pressure Vessels and Contain ments for Nuclear Reactors : Conference on ... Held in York, England, 8.12 September 1975. London, the Instituition of Mechanical Engineers, 1976.
- PCPV: Prestressed Concrete Pressure Vessels : Conference on ... Held at Church House, Westminister, SW1,13.17 March 1967.

London, the Instituition of Civil Engineers, 1968.

## A - VASOS DE PRESSÃO DE CONCRETO PROTENDIDO

1 . ANTONY, R.P.

ų,

Devecopment of Statutory Requirements for Reactor Vessels.

(PCPV : PAG. 85-90)

2. BARRET, N.T.; DAVIDSON, I.

3. BROWNE, R.D.

Design Philosopy and Safety (PCPV: pag. 65-71)

Properties of Concrete in Reactor Vessels. (PCPV: pag. 131-151).

- BROWNE, R.D.; BLUNDEL, R.
   Relevance of Concrete Properties Research to Pressure Vessel Design., (<u>CNR</u>: pag. 69-102).
- 5. COMMON, D.K.; HANNAN, I.W. Specification of Concrete Vessels for Gas Cooled Reac tors., (<u>PCPV</u>: pag. 73-78).
- 6. DAVIDSON, I.; JAEGER, T.A. Power Reactor Development and Prestressed Concrete Pressure Vessels., (<u>CNR</u>: pag. 15-28).
- 7. DAVIES, I.LL.; DAVIDSON, I. Concrete Properties Affecting the Integrity of Pressure Vessels., (PCPV: pag. 167-171).
- 8. DAVIS, N.S.

N Reactor Shielding., (CNR: pag. 1109-1162).

9. HANNA, I.W.

a

Prestressed Concrete Pressure Vessels in the United Kingdon., (IME: pag. 1-8).

10. HAY, J.D.; EADIE, D.M.

Pratical and Economic Design Aspects of Cilindricac Vessels., (PCPV: pag. 99-104).

11. JUNGMAN, A.; KOPP, H.

Reference Design of PCPV for Pressurized Whater Reactor., (IME: pag. 509-520).

- 12. KOMAROWSKI, A.N. <u>Shielding Materials for Nuclear Reactors</u>, London, Per gamom Press, 1961.
- 13. LEWIS, D.J.; BYE, G.P.; CRISP, R.J. Long Term Thermal Creep Effects in Pressure Vessels . (<u>PCPV</u>: pag. 329-337).
- 14. MACKEN, T.; DEE, J.B.; DAVIDSON, I. Prestressed Concrete Reactor Vessels Design and Development for Gas Cooled Fast Reactor., (IME: pag. 1-8).
- 15. PIHLAJAVAARA, S.E.

Preliminary Recommendation for Design, Making Control of Radiation Shielding Concrete Structures., (CNR : pag. 57-67).

- 16. PRICE, M.A.; HORTON, C.C.; SPINNEY, B.Sc. Radiation Shielding. London, Pergamon Press, 1957.
- 17. TATE, L.A.; HOLDER, M.A. ; SEATON, A.R.; NORONHA, R.I. The Temperature Control of Prestressed Concrete Reactor Pressure Vessels., (<u>IME</u>; pag. 83-92).
- 18. TAYLOR, R.S.

Q.

The Wylfa Vessel., (PCPV: pag. 13-19).

19. TORIELLI, E., ROCCA, F.

Thermal Problems in Pressure Vessels Design., (<u>PCPV</u> : pag. 735-737).

20. TURTON, B.J.; HUTCHINSON, J.; OLD, R.A.B.

Evaluation of Temperature and the Design of Cooling Sistems for Pressure Vessels., (PCPV: pag. 715-733).

#### B - EFEITOS DE IRRADIAÇÃO NO CONCRETO

21. DAVIDSON, I.; KELLY, B.T.

Irradiation Effects on Concrete., (PCPV: pag. 173-176).

- 22. ELLEUCH, M.F.; DUBOIS, S.F.; RAPPENEAU, J. Effects of Neutron Radiation on Special Concretes and Their Components., (CNR: pag. 1071-1108).
- 23. ELLEUCH, M.F.; DUBOIS, S.F.; RAPPENEAU, J. Behaviour of Special Shielding Concretes and of Their Constituints Under Neutron Irradiation. <u>On Fourth United Nations International Conference on</u> <u>the Peaceful Uses of Atomic Energy, Geneva Switzer</u> Land, 6-16 September 1971. Geneva, 1972.
- 24. GRANATA, S.; MONTAGNINI, A. Studies on Behaviour of Concrete Under Radiation. (CNR: pag. 1163-1176).
- 25. PEDERSEN, A.

Ψ.

"Radiation Damage in Concrete - Measurements on Miniature Specimens of Cement Mortar" Proceedings of an Information Exchange Meeting on "Results of Concrete Irradiation Programes", Brussels (Belgium) April 19, 1971.EUR - 4751 Brussels, 1971.

#### C - DANOS DE IRRADIAÇÃO

26. LEIBFRIED, G.

Introduction into Radiation Damage Theory <u>on Procee-</u> <u>dings of the International Summer School on Solid</u> <u>State Physic Held on Mol, Belgium, August, 12-31,1963</u> Amsterdam North Holland Publishing Company, 1964 (pag. 1-32).

27. THOMPSON, M.W.

Defects and Radiation Damage in Metals., Cambridge University Press, 1969.

#### D - FÍSICA E ENGENHARIA DE REATORES

2S. EL WAKIL, M.M.

Nuclear Power Engineering., New York, McGraw-Hill Book Company, 1962.

29. GLASTONE, S.; SESONKS, A. <u>Nuclear Reactor Engineering</u>., Princeton, N.J., Van Nostrand, 1967.

30. LAMARSH, J.R.

Introduction to Nuclear Reactor Theory., Massachusetts, USA, Adison-Wesley Publishing Company, Inc, 1966.

31. KAPLAN, I.

<u>Nuclear Physics</u>., 2 ed. Massachusetts - USA, Adison Wesley Publishing Company Inc, 1964. 14
- E CIMENTO E CONCRETO
  - 32. BOGUE, R.H.

The Chemistry of Portland Cement., New York, Reinhold Publishing Corporation, 1947.

33. GRUDEMO, A.

The Microstruture of Hardened Cement Paste on <u>Procee-</u> <u>dings of 49 International Symposium Held on Washington,</u> <u>2-7 October 1960</u>., National Bureau of Standards, Monograph 43, 1962., (pag. 615-645).

34. KETL, F.

Cemento, Fabrication, Propriedades Aplicaciones., Bar celona, Editores Técnicos Associados S.A., 1973.

35. LEA, F.M.

The Chemistry of Cement and Concrete., 3rd.Ed. London, Edward Arnold Publishers Ltd., 1970.

36. NEVILLE, A.M.

<u>Properties of Concrete</u>, 2d. Ed. London, Pitman Publ<u>i</u> shing, 1973.

37. PETRUCCI, E.G.

<u>Concreto de Cimento Portland</u>., Enciclopédia - Técnica Universal Globo, Volume IX., 2<sup>ª</sup> Ed. Porto Alegre, Ed<u>i</u> tora Globo, 1973.

38. SOROKA, I.

Portland Cement Paste and Concrete., London, the Mac-Millan Press Ltd., 1979. 39. TAYLOR, H.F.W.

The Chemistry of Cements., London, Academic Press, 1964.

40. TAYLOR, H.F.W.; ROY, D.M.

Structure and Composition of Hidrates... on Proceedings of the Chemistry of Cement. Paris, 1980. Editions Sep time (Pag. )1-2/1 à 11-2/13).

41. VERBECK, G.

٤

Pore Structure. On <u>Significance of Testes and Proper-</u> <u>ties of Concrete and Concrete Making Materials</u>. ASTM-Special Technical Publication 169-B (Pag. 262-280) Bal timore, 1968.

42. VERBECK, G.; HELMUTH, R.H.

Structures and Physical Properties of Cement Pastes on <u>Proceedings of the Fifth International Symposium</u> <u>of Chemistry of Cement</u>., Tokio, 7-11 October 1968 , (pag. 1-36).

43. WITTMAN, F.H.

Properties of Hardened Cement Paste on <u>Proceedings of</u> the Fifth International Symposium of Chemistry of Cement., Paris, 1980., Editions Séptima, 1980.

G - ULTRA-SOM

44. BROWN, B.; GORDON, D.

<u>Ultrasonic Tecniques in Biology and Medicine.</u>, Spring Field, Charles C. Thomas Publisher, 1967. 45. CARLIN, B.

<u>Ultra Sonics</u>., New York, McGraw-Hill Book Company Inc, 1949.

- 46. HUETER, T.F.; BOLT, R.H. Sonics., New York, John Wiley & Sons Inc., 1955.
- 47. HUNTER, J.L.

Acoustics., Englewood Cliffs, New York, Prentice Hall Inc., 1957.

48. JONES, R.

Non Destructive Testing of Concrete., Cambridge, Cambridge University Press, 1962.

49. ROSENBERG, L.D.; MARAKOV, L.O.

Ultra Sonic Cutting., New York, Consultants Bureau 1964.

50. VIGOUREX, P.

Ultra Sonics., London, Chapman & Hall Ltd., 1952.

51. WHITE HURST, E.A.

Evaluation of Concrete Properties from Sonic Tests American Concrete Institute ames, the Iowa State University Press, 1966.

## OUTRAS OBRAS CONSULTADAS

52. BEERS, Y.

Introduction to Theory of Error., Massachusets, Addison Wesley Publishing Company, Inc, 1957.

162.

53. FREIRE MAYA, N.

Radio Genética Humana., São Paulo, Edgard Blücher- EDUSP, 1972.

54. HELL, WALTER C.

Aplicação de Técnicas Ultra-sônicas no Estudo da <u>In-</u> fluência da Temperatura sobre as Constantes Elásticas do <u>Cimento e Concreto em Vasos de Pressão de</u> <u>Concreto</u> <u>Protendido de Reatores Nucleares</u>., São Paulo, 1970 (Tese de Mestrado, Instituto de Energia Atômica).

55. KINGERY, W.D.

Introduction to Ceramics., 3 rd. Ed. New York, John Wiley and Sons, 1965.

## ERRATA

Pag. 31 = item 2.2.1 - d

Q

Osciloscópio Tectronics Type 561-A.

Time Base 2867 Diferential Amplifier - 3A3.