



**INFLUÊNCIA DA MOAGEM SÔBRE AS CARACTERÍSTICAS  
DOS PÓS DE  $UO_2$**

*ISAÓ NISHIOKA*

**PUBLICAÇÃO IEA N.º 223**  
Outubro — 1970

©

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA**  
Caixa Postal 11049 (Pinheiros)  
CIDADE UNIVERSITÁRIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA"  
SÃO PAULO — BRASIL

INFLUÊNCIA DA MOAGEM SÔBRE AS CARACTERÍSTICAS DOS PÓS DE UO<sub>2</sub>\*

Isão Nishioka

Divisão de Metalurgia Nuclear  
Instituto de Energia Atômica  
São Paulo - Brasil

Publicação IEA Nº 223  
Outubro - 1970

---

\* Separata de "METALURGIA - REVISTA DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METAIS", vol. 26, nº 156, novembro, p. 889-895, 1970.

Comissão Nacional de Energia Nuclear

Presidente: Prof.Dr. Hervásio Guimarães de Carvalho

Universidade de São Paulo

Reitor: Prof.Dr. Miguel Reale

Instituto de Energia Atômica

Diretor: Prof.Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

Conselho Técnico-Científico do IEA

Prof.Dr. José Moura Gonçalves	}	pela USP
Prof.Dr. José Augusto Martins		
Prof.Dr. Rui Ribeiro Franco	}	pela CNEN
Prof.Dr. Theodoro H.I. de Arruda Souto		

Divisões Didático-Científicas

Divisão de Física Nuclear -  
Chefe: Prof.Dr. José Goldenberg

Divisão de Radioquímica -  
Chefe: Prof.Dr. Fausto Walter de Lima

Divisão de Radiobiologia -  
Chefe: Prof.Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

Divisão de Metalurgia Nuclear -  
Chefe: Prof.Dr. Tharcísio D.S. Santos

Divisão de Engenharia Química -  
Chefe: Lic. Alcídio Abrão

Divisão de Engenharia Nuclear -  
Chefe: Engº Pedro Bento de Camargo

Divisão de Operação e Manutenção de Reatores -  
Chefe: Engº Azor Camargo Penteado Filho

Divisão de Física de Reatores -  
Chefe: Prof.Dr. Paulo Saraiva de Toledo

Divisão de Ensino e Formação -  
Chefe: Prof.Dr. Rui Ribeiro Franco

# INFLUÊNCIA DA MOAGEM SÔBRE AS CARACTERÍSTICAS DOS PÓS DE $UO_2^{(1)}$

ISÁO NISHIOKA <sup>(2)</sup>

## RESUMO

*Faz-se, no presente trabalho, uma análise da influência da moagem em moinho de bolas sôbre as características do pó de  $UO_2$  e sua sinterabilidade. Discutem-se os resultados obtidos de superfície específica, tamanho médio das partículas, relação O/U e densidades da pastilha sinterizada com o tempo de moagem.*

## 1. INTRODUÇÃO

Na sinterização de pastilhas de  $UO_2$  de elevada densidade, vários são os fatores que influem na obtenção de bons resultados. O pó de  $UO_2$  deverá ter características bem definidas que permitam orientação e, eventualmente, a definição de qual processamento a seguir durante a fabricação.

Pode-se enumerar, entre outras, as seguintes características:

- superfície específica elevada
- densidade elevada
- facilidade de fratura
- grande energia tanto superficial (= maior superfície específica) quanto interna (= distorções do reticulado devidas a íons de Oxigênio em excesso, adições e devidas à deformação plástica).

Definidas as características do pó, o passo seguinte é a obtenção de pastilha compactada que apresente as seguintes propriedades principalmente:

- maior contato entre os grãos
- menor número de poros fechados
- pequena variação no tamanho dos poros
- poros abertos pequenos.

A importância da moagem reside no fato de que, com esta operação, pode-se intervir nas características acima já que, conforme experiências realizadas em outros laboratórios <sup>(1 a 4)</sup>, a moagem permite conseguir:

- maiores densidades do sinterizado;
- aumento da velocidade de sinterização;
- estrutura do grão mais uniforme na pastilha sinterizada;

- eliminação quase completa da dependência da densidade do sinterizado com a densidade a verde da pastilha;
- aumento apreciável da superfície específica do pó; e
- redução do diâmetro médio das partículas;

daí merecer um estudo mais demorado o mecanismo da moagem sôbre as características do pó e os seus efeitos na sinterização.

## 2. MECANISMO DA MOAGEM

A moagem, entendida como um processo de fragmentação de partículas, é um assunto já bastante discutido por vários pesquisadores. Não é, pois, interessante repetir aqui os conceitos já sabidos. Dir-se-á apenas que à medida que a operação de moagem é processada, vai-se aumentando o número de partículas finas e, portanto, diminuindo, em média, o tamanho das partículas.

O processo de redução do tamanho não é, no entanto, indefinido, já que à medida que as partículas se tornam cada vez mais finas, elas começam a apresentar uma tendência à aglomeração. Este fenômeno <sup>(5)</sup> se deve à combinação da predominância das forças externas resultantes do processo de moagem sôbre as forças que tendem a rompê-las.

Supondo válida a Lei de Rittinger <sup>(6)</sup> (normalmente empregada para explicar a moagem de partículas com tamanhos superiores a 1 micron) que determina: "a energia necessária para moer uma substância é proporcional àquela necessária para produzir uma nova superfície", Papadakis <sup>(7)</sup> propõe uma fórmula para explicar o fenômeno da tendência à aglomeração durante a moagem em moinho de bolas:

$$A = 1 - 1/e^b \cdot D \cdot d^m$$

onde: A = aglomeração (adimensional); D = diâmetro do moinho; d = diâmetro da bola; b e m = constantes. Constata-se por ela que a

(1) Contribuição Técnica n.º 905. Apresentada ao XXV Congresso Anual da ABM; Porto Alegre RS; junho/julho de 1970.

(2) Membro da ABM; Engenheiro Metalurgista; Divisão de Metalurgia Nuclear; Instituto de Energia Atômica; São Paulo SP.

aglomeração aumenta com o aumento do diâmetro do moinho, enquanto que a influência das bolas depende do valor da constante  $m$ .

Quando se desejam partículas bem finas deve-se fazer uso, então, de aditivos que retardem o processo de aglomeração<sup>(8)</sup>.

### 3. PROCESSOS DE MOAGEM DE $UO_2$

Há vários processos que podem ser empregados na moagem de  $UO_2$ , dentre os quais podem ser citados:<sup>(9)</sup>

— *Moinho de bolas*: a moagem neste equipamento pode ser a seco ou úmida, com revestimento de borracha internamente (= para evitar contaminações por desgaste e atrito das paredes do moinho), usando-se mais, como meio de moagem, bolas ou cilindros de  $UO_2$ . Maiores considerações serão feitas adiante.

— *"Micronizer"*<sup>(10,11)</sup> é um equipamento de moagem que faz uso de jato de fluido (= ar ou vapor) em regime turbulento, promovendo um intenso atrito mútuo entre as partículas. Sob condições ótimas, este equipamento produz um pó com diâmetros de partículas menores do que 1 micron, ou melhor, no campo de sub-micron a micron, praticamente inobtiveis por outros processos.

— *"Mikro-Atomizer"*: é um equipamento para produções em alta escala, fazendo uso de martelos revestidos com "Stellite", de alta velocidade. Este processo, no entanto, não leva a pós de qualidade tão boa quanto aos produzidos por moinho de bolas. Constitui-se, no entanto, numa alternativa boa em relação ao moinho de bolas, para produções em grandes escalas. Os dinamiqueses<sup>(12)</sup> estão empregando este equipamento na sua usina piloto de produção de pastilhas de elevada densidade.

### 4. MOAGEM DE $UO_2$ EM MOINHO DE BOLAS

A moagem de  $UO_2$  em moinhos de bolas é bastante difundida, provavelmente por ser econômica. Empregam-se, em geral, moinhos com paredes revestidas por borracha e usando como elemento de moagem bolas ou cilindros de  $UO_2$ , face a cuidados que devem ser tomados para tornar mínima a contaminação do pó.

Em moinho de bolas, a moagem de  $UO_2$  pode ser a seco ou úmida notando-se, em ambos os casos, uma hidratação parcial<sup>(9,1)</sup> (= moagem a seco) ou total (= moagem úmida), em virtude de absorção da umidade do ambiente, conduzindo a uma substância de composição aproximada  $UO_2 \cdot H_2O$ . Em experiências realizadas em Oak Ridge<sup>(1)</sup>, a moagem úmida mostrou-se superior à seca quando se tem  $UO_3$ .

A moagem de  $UO_2$  em moinho de bolas deverá trazer, sobre as características do pó, os seguintes efeitos:

- redução do tamanho médio das partículas;
- aumento da superfície específica;
- arredondamento dos grãos e
- aumento da atividade do  $UO_2$  e, como consequência, uma relação O/U maior do que o pó não moído;

e sobre as pastilhas, os seguintes efeitos:

- eliminação quase completa de dependência densidade a verde/densidade do sinterizado;
- densidades do sinterizado maiores e
- estrutura do grão mais uniforme na pastilha sinterizada.

Tendo em vista os efeitos acima indicados, foram feitas as experiências e ensaios de controle que serão descritos em seguida.

### 5. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

*Obtenção dos pós para a moagem* — O material de partida foi um Diuranato de Amônio, purificado pelo processo de extração por solvente e precipitado com  $NH_3$  a partir de uma solução de nitrato de urânio, na Divisão de Engenharia Química do Instituto de Energia Atômica. Outros pormenores experimentais podem ser obtidos da Tabela II, de trabalho anterior da Divisão<sup>(13)</sup>.

O pó tal como recebido é empelotado, motivo pelo qual foi moído em almofariz de porcelana e feito passar na peneira de 20 malhas/polegada. O pó a seguir foi calcinado em forno elétrico, tipo mufla, carregado em bandejas de Fe-Cr. Após a calcinação resultou um pó de coloração mista, evidenciando a formação de uma mistura de óxidos superiores, provavelmente  $UO_3$  (alaranjado) e  $U_3O_8$  (prêto), à qual se pode denominar "calcinado".

O "calcinado" foi então reduzido em atmosfera de hidrogênio, em forno elétrico tubular, tipo mufla, carregado em botes de grafita. As condições experimentais de calcinação e redução estão resumidas na Tabela I.

*Moagem dos pós e amostragens* — O pó reduzido, após a retirada de amostras para os ensaios e fabricação de pastilhas, foi colocado num moinho de bolas com as seguintes características<sup>(14)</sup>:

- velocidade periférica: 26 m/min.
- diâmetro das bolas de aço para rolamento: 12 mm;
- paredes do moinho: revestidas com PVC
- rotação empregada: 86 rpm.

A relação massa total carregada/massa de bolas foi pré-fixada em 2.

As amostras foram retiradas para os seguintes tempos de moagem: 0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; e 30,0 horas de moagem, sempre obedecendo a mesma seqüência:

*Retirada da amostra para peneiramento* — Peneiramento por 15 minutos, de 100,0 g de ma-

TABELA I — Condições experimentais de calcinação e redução

Condições		Calcinação	Redução
da carga	Quantidade carregada (g) Espessura da Camada (mm) Recipiente	2.000,0 20 Bandeja de Fe-Cr	1.718,0 30 Botes de Grafita
da operação	Atmosfera (°C) Temperatura (°C) Tempo à temperatura (h) Quantidade descarregada (g) Rendimento (%)	Ar 500 5 1.718,0 85,9	Hidrogênio 900 1 1.628,0 94,7

material, num vibrador (= "Produtest"), usando as peneiras de 65, 100, 150, 200 e 325 malhas/polegada.

*Retirada da amostra da faixa — 65 malhas/polegada — Para:*

- determinação do tamanho médio das partículas (35,0 g);
- medida da superfície específica pelo processo BET modificado, de adsorção gasosa (2,0 g);
- determinação da relação O/U (3,0 g).

Para não se trabalhar com pouco material em moinho grande e para não se ocupar vários moinhos evitando, assim, perdas desnecessárias de material, o método de moagem empregado foi a de se moer continuamente o mesmo pó, retirando-se as amostras nos tempos pré-fixados e quantidades de bolas correspondentes à das amostras para manter a relação massa total carregada/massa de bolas sempre constante, a fim de reproduzir de maneira mais fiel possível as condições de moagem para cada amostra obtida.

*Ensaio das amostras:*

a) *superfície específica* — foram realizadas duas determinações de superfície específica no Centro de Pesquisa "Armando Salles de Oliveira" da Refinaria União em Capuava. O método empregado foi a de adsorção gasosa<sup>(15, 16)</sup>, pelo processo BET modificado, com as seguintes condições experimentais:

- Tempo de ativação da amostra: 30 minutos;
- Temperatura de ativação: 100°C;
- Atmosfera: fluxo de nitrogênio e hélio;
- Temperatura da medida: nitrogênio líquido.

b) *tamanho médio das partículas* — pelo Fisher Sub Sieve Sizer, no Laboratório da Analítica da Administração da Produção da Monazita. O aparelho se baseia na resistência que a camada do pó da amostra analisada oferece à passagem de fluxo de ar. Esse ensaio obedeceu

às normas estabelecidas pela ASTM<sup>(17, 18)</sup> e recomendações operacionais dos fabricantes<sup>(19, 20)</sup>.

c) *relação O/U* — determinada por via úmida no Laboratório de Analítica, da Divisão de Engenharia Química do IEA.

d) *densidades dos pós* — realizada de acordo com técnicas já estabelecidas na Divisão de Metalurgia Nuclear.

*Fabricação das pastilhas* — Os pós foram compactados a duas pressões diferentes: 0,88 e 2,64 t/cm<sup>2</sup>, na prensa Fred Frey de 30 t. Não foram empregados nem lubrificantes nem aglomerantes no pó, mas apenas lubrificantes na matriz. A matriz empregada foi a flutuante, cilíndrica, de 12 mm de diâmetro, permitindo uma compactação com desenvolvimento de esforço de duplo efeito. Empregou-se sempre massa constante de 10,500 g na carga da matriz.

As pastilhas obtidas não apresentaram laminações nem distorções: o aspecto superficial mostrou-se muito bom em todas elas.

*Sinterização das pastilhas:*

As pastilhas foram sinterizadas em atmosfera de argônio, no forno com resistência de carvão de silício ("globo"), em um tubo de alumina, obedecendo ao seguinte ciclo de aquecimento e resfriamento:

- velocidade de aquecimento: 120°C/hora até 1.200°C ~ 65°C/hora após 1.200°C e 1.400°C;
- tempo à temperatura: 4 horas a 1.400°C;
- velocidade de resfriamento: 120°C/hora até ~ 1.100°C.

A primeira sinterização ofereceu problemas, já que as pastilhas mostraram uma tendência à reação com a alumina nos pontos de contato com o tubo. Nas sinterizações seguintes, a solução encontrada foi a de se mergulhar as pastilhas em pó de alumina sem que elas tocassem as paredes do tubo. Com esta solução obtiveram-se pastilhas de boas qualidades superficiais e geométricas.

## 6. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados das determinações de diâmetro médio de partícula, relação O/U, densidade solta, batida e limite com o tempo de moagem estão resumidos na tabela II.

TABELA II — Características dos pós moídos

Horas de moagem	Densidades ( $g/cm^3$ )			Tamanho médio das partículas ( $\mu$ )	Relação O/U
	Solta	Batida	Limite		
0	2,0	2,6	2,7	2,60	2,09
1,0	2,6	2,9	2,9	2,80	2,09
2,5	2,8	3,1	3,4	5,00	2,10
5,0	3,0	3,6	3,7	5,70	2,10
7,5	3,1	3,7	3,8	7,00	2,10
10,0	3,2	3,8	4,0	7,60	2,10
15,0	3,2	3,9	4,0	6,00	2,10
30,0	3,3	3,8	3,9	6,50	2,10

Pode-se notar pelo gráfico da figura 1 e pelos valores da tabela II que as densidades aumentam com o tempo de moagem o que não acontece, entretanto, com os valores do tamanho médio de partículas. Estas constatações, apesar de parecerem paradoxais, podem ser explicadas como consequência de fenômenos de aglomeração e fragmentação, que ocorrem durante o processo de moagem.

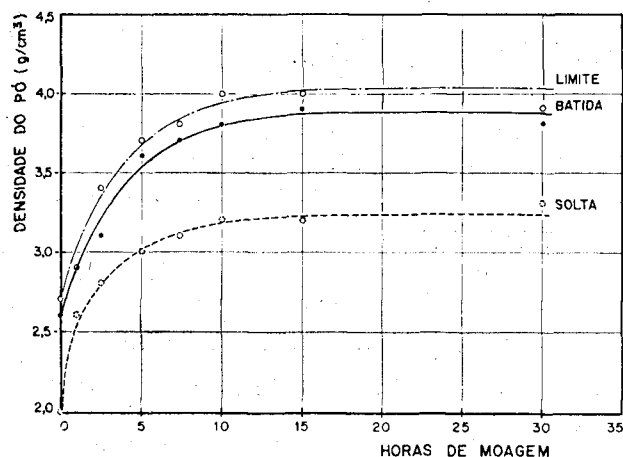


Fig. 1 — Variação das densidades do pó em função do tempo de moagem.

O aumento da densidade do pó pode ser explicado pelo efeito combinado de cominuição e aglomeração o que, em outras palavras, pode ser dito como sendo um efeito combinado de redu-

ção de granulometria pela moagem e adensamento pelo processo de arraste e compressão das bolas sobre o pó.

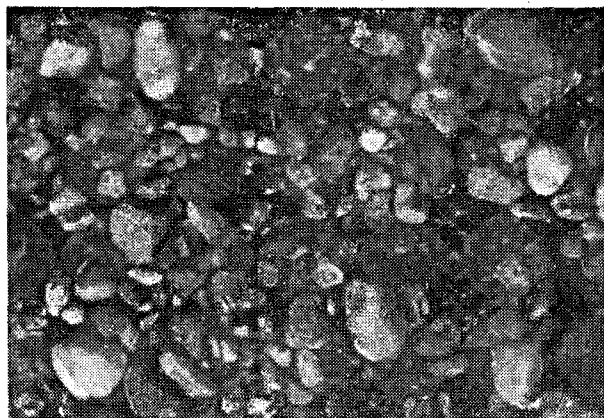


Fig. 2 — Morfologia das partículas do pó moído por 5,0 horas. Observação em laminula. Dispersante: álcool. Campo escuro: 160x.

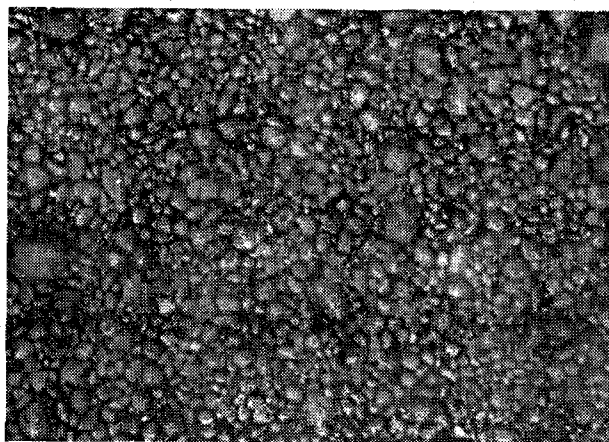


Fig. 3 — Morfologia das partículas do pó moído por 30,0 horas. Condições: Análogas às da figura 2.

O tamanho médio das partículas varia com o tempo de moagem, aumentando no início, atingindo um máximo e a seguir caindo um pouco. O aspecto de homogeneidade e arredondamento dos grãos pode ser notado comparando-se as fotografias das figuras 2 e 3, onde se notam partículas heterogêneas na primeira e na segunda, partículas mais homogêneas em tamanho e de forma arredondada.

A superfície específica medida pelo processo de adsorção gasosa nos dois pontos — 1,0 h e 2,5 h de moagem — mostrou um aumento desses valores como se esperava. O primeiro ponto apresentou uma superfície específica de  $4,7 m^2/g$  e o segundo,  $5,7 m^2/g$ . O aumento da superfície específica com o tempo de moagem pode ser considerado como consequência da abertura de poros fechados dos grãos no processo de desagregação

sofrido pelo pó. Deve-se ressaltar que a medida da superfície específica pelo processo de adsorção gasosa mede a superfície específica total <sup>(21)</sup> conseguindo determinar, inclusive, a da parte rugosa do grão, enquanto que pela permeabilidade gasosa, não. Todavia há autôres que aconselham a medida com ambos os métodos, já que a diferença entre as duas medidas dá uma idéia da rugosidade da partícula. Isto significa que, para o estudo da sinterabilidade de um pó, é interessante que se tenha a superfície específica medida pelos dois processos citados.

Os valores da relação O/U apresentam-se mais ou menos constantes. Normalmente deveria haver uma oxidação, ou seja, um aumento da relação O/U, já que o aumento da superfície específica do pó acarreta um aumento da reatividade. O fato de os valores da relação O/U se manterem constantes mostra que o processamento efetuado de calcinação e redução foi adequado, fornecendo pós estáveis.

Os valores obtidos de densidade a verde estão resumidos na tabela III.

TABELA III — Características das pastilhas a verde

Pressão de Compactação (t/cm <sup>2</sup> )		HORAS DE MOAGEM							
		0,0	1,0	2,5	5,0	7,5	10,0	15,0	30,0
0,88	Densidade	3,96	4,00	4,30	4,64	4,71	4,81	4,25	5,28
	Densidade Teórica (%)	36,1	37,2	39,2	42,3	43,0	43,9	45,0	48,2
2,64	Densidade	4,86	4,94	5,04	5,25	5,27	5,33	5,42	5,57
	Densidade Teórica (%)	44,3	45,0	46,0	47,9	48,1	48,6	49,4	50,8

Nota-se que as densidades geométricas das pastilhas aumentam com o tempo de moagem,

tanto para pressão de 0,88 t/cm<sup>2</sup> como para de 2,64 t/cm<sup>2</sup>. É interessante notar que, para as pressões de compactação empregadas, à medida que se aumenta o tempo de moagem, a diferença entre os valores obtidos de densidade vai diminuindo sensivelmente tal que, para 30,0 horas de moagem, ela é apenas cerca de 0,3 g/cm<sup>3</sup>. O gráfico da figura 4 mostra melhor tal tendência.

A tabela IV resume os resultados obtidos com a sinterização das pastilhas.

TABELA IV — Características das pastilhas sinterizadas

Pressão de Compactação (t/cm <sup>2</sup> )		HORAS DE MOAGEM							
		0,0	1,0	2,5	5,0	7,5	10,0	15,0	30,0
0,88	Densidade	9,41	9,50	9,57	9,77	9,60	9,46	9,50	8,97
	Densidade Teórica (%)	85,8	86,7	87,3	8,91	8,76	86,3	86,7	81,8
2,64	Densidade	9,85	10,34	10,25	10,18	10,19	10,18	10,17	10,20
	Densidade Teórica (%)	89,9	94,3	93,5	95,3	92,9	93,0	92,8	93,1

Nota-se que, para pastilhas compactadas com pressão de 2,64 t/cm<sup>2</sup>, a moagem mostrou-se benéfica, resultando pastilhas com densidades dentro da faixa desejada para uso como elemento combustível. Outro fato interessante, que pode ser extraído da tabela V, é o de que a moagem torna a densidade da pastilha sinterizada independente da densidade a verde.

TABELA V — Tabela comparativa de valores de densidade a verde e densidade do sinterizado com o tempo de moagem

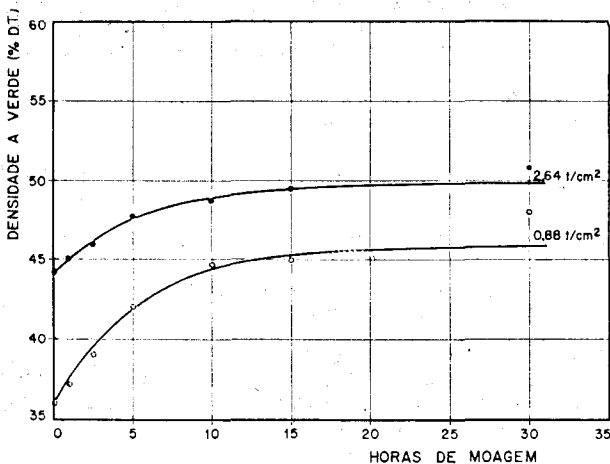


Fig. 4 — Variação da densidade a verde com o tempo de moagem.

Esforço de Compactação 3.0 t				
Horas de Moagem	Pastilha a Verde		Pastilha Sinterizada	
	Densidade	Densidade Teórica (%)	Densidade	Densidade Teórica (%)
0	4,86	44,3	9,85	89,9
1,0	4,94	45,0	10,34	94,3
2,5	5,04	46,0	10,25	93,5
5,0	5,25	47,9	10,45	95,3
7,5	5,27	48,1	10,18	92,9
10,0	5,33	48,6	10,19	93,0
15,0	5,42	49,4	10,11	92,8
30,0	5,57	50,8	10,20	93,1

## 7. CONCLUSÕES

1. — Com base nos resultados de análise da relação O/U, nas condições indicadas de calcinação e redução, os pós obtidos apresentaram-se bastante estáveis.

2. — A densidade dos pós moídos aumenta com o tempo de moagem até cerca de 10,0 horas. Isso indica que cessa o efeito do adensamento do pó, não mais compensando continuar a operação, quando esse aspecto for importante.

3. — A moagem homogeneiza a forma do grão do pó, arredondando-a.

4. — Na moagem ocorre um fenômeno combinado de fragmentação e aglomeração, fato esse que pode explicar os valores obtidos do diâmetro médio de partícula e das densidades aparentes dos pós.

5. — A moagem anula o efeito da densidade a verde sobre a densidade da pastilha sinterizada; em outras palavras, após a moagem, pastilha com densidade a verde maior não produzirá, necessariamente, uma pastilha sinterizada de maior densidade.

6. — A moagem aumenta sensivelmente a sinterabilidade do pó, fornecendo condições para se conseguir pastilha de densidades superiores a 92,0% da densidade teórica, nas condições de sinterização indicadas na parte experimental (sob argônio, a 1.400°C, durante 4 horas).

## AGRADECIMENTOS

O autor agradece:

- a todos os colegas da Divisão de Metalurgia Nuclear pelo apoio e colaboração na discussão e melhoria do trabalho, sem o que, dificilmente teria conseguido realizá-lo;
- ao Dr. Egon Raimann, Chefe do Laboratório de Analítica da Administração da Produção de Monazita, e ao químico industrial Walter Vicentin pelas medidas do tamanho médio de partícula pelo aparelho Fisher Sub Rieve Sizer;
- ao Sr. Rêmulo Ciola e Sr. Joaquim Gonçalves da Silva Filho, do Centro de Pesquisas "Armando Salles de Oliveira" da Refinaria de Petróleo União, pelas medidas da superfície específica no aparelho BET modificado.

## BIBLIOGRAFIA

1. BELLE, J. & LUSTMAN, J. — "Properties of  $UO_2$ " — Relatório WAPD-184, p. 17.
2. BELLE, J. & JONES, L. J. — "Résumé of  $UO_2$  Data" (VI), p. 9, 1956 — Relatório WAPD-PWR-PMM-466.
3. FERRARI, S.; GABAGLIO, M. & LISCIA, A. — "Preparation of  $UO_2$  Powders by Wet Way", p. 112 — Meeting on Characterization of Uranium Dioxide — Relatório TID-7637, 1961.
4. PORNEUF, A. & HAUSER, R. — "The Improvement of the Sinterability of Uranium Dioxide", p. 173-179, Meeting on Characterization of Uranium Dioxide — Relatório TID-7637, 1961.
5. BEKE, B. — "Principles of Comminution", p. 123, Budapest — 1964.
6. JONES, W. D. — "Manufacture of Metal Powders", Fundamental Principles of Powder Metallurgy — p. 199, London, 1960.
7. Idem 5, p. 85.
8. QUATINETE, M.; SCHAFER, R. J. & SMEAL, C. R. — "The Production of Submicron Metal Powders by Ball Milling with Grinding Aids" — p. 287, Ultrafine Particles — Kuhn Lamprey & Sheer Editores; John Wiley & Sons — 1963.
9. KAUFMANN, A. R. — "Nuclear Fuel Elements: Metallurgy & Fabrication" — p. 201-203, 1962 — John Wiley & Sons.
10. BELLE, J. & JONES, L. J. — "Résumé of  $UO_2$  DATA" VIII — WAPD-PWR-PMM-904, p. 93, 1956.
11. MATERIALS & TECHNOLOGY — v. "Metals & Ores" — p. 741-742, 1970 — Loneman & De Bussy.
12. SORENSEN, O. T. — "Pilot Plant for Manufacturing of  $UO_2$  Pellets" — p. 8, 1969. RISO Report n.º 197 — Danish Atomic Energy Commission.
13. NISHIOKA, I.; BUENO, R. P. A. & CAPOCCHI, J. D. T. — "Nota Preliminar sobre a Caracterização de  $UO_2$  para a Fabricação de Elementos Combustíveis". — Metalurgia, v. 25, n.º 143, p. 736, 1969.
14. SOUZA SANTOS, T. D.; HAYDT, H. M.; FREITAS, C. T.; CAPOCCHI, J. D. T.; CINTRA, S. H. L.; GENTILE, E. F. & PUCCINI, E. C. — "Principais Características Metalúrgicas dos Elementos Combustíveis Fabricados para a Fabricação de Elementos Combustíveis". — Metalurgia, v. 25, n.º 143, p. 736, 1969.
15. ETTRE, L. S. & CIEPLINSKI, E. W. — "Determination of Surface Areas with Gas Chromatographic Methods". — p. 393-418 — "Ultra Fine Particles" — Kuhn, Lamprey & Sheer (Editores) — John Wiley & Sons — 1963.
16. ALLEN, T. — "Particle Size Measurement" — p. 190-195 — Chapman & Hall — 1968.
17. ASTM — Standard B-330, 65 — p. 453-456 — Part. 7, 1967.
18. FISHER — Instruction Manual — Cat. n.º 14-311.
19. ALLEN, T. — "Particle Size Measurement" — p. 178-180; Chapman & Hall — 1968.
20. HAERTLEIN, J. & SACHSE, J. F. — "The Fisher Sub-Sieve Sizer a Rapid Method for Estimating Particle Size", Handbook of Metal Powders, Ed. Arnold R. Poster, p. 63-67; Reinhold Pub. Co. 1966.
21. DRIEAR, J. R. — "Establishing Methods of Characterizing  $UO_2$  Powder" — p. 75 — Meeting on Characterization of Uranium Dioxide; Relatório TID-7637, 1961.

## DISCUSSÃO

JUAREZ TAVORA VEADO (1) — Qual a origem e o processo de obtenção dos pós testados? Foi testado pó de outra origem? Como foi o seu comportamento?

ISAO NISHIOKA (2) — Foi testado um pó de  $UO_2$  proveniente da calcinação, seguida de uma redução do pó de DUA que, por sua vez, foi obtido na Divisão de Engenharia Química do Instituto de Energia Atômica pela precipitação com  $NH_3$  de uma solução de nitrato de urânio e purificado pelo processo de extração por solvente.

O pó, na seqüência, teve as seguintes condições de processamento: calcinação a  $500^\circ C$ , por 5 horas à temperatura e redução em atmosfera de hidrogênio a  $900^\circ C$ , 1 hora à temperatura.

(1) Membro da ABM e na Presidência da Sessão. Engenheiro Civil e Nuclear; Chefe da Seção de Metalurgia Física do IPR da UFMG; Belo Horizonte MG.

(2) Autor da CT.

Quanto aos pós de outras origens, no ano passado fizemos ensaios de caracterização de pós de  $UO_2$  (\*) provenientes de origens diferentes: um foi o DUA empregado nesta experiência e o outro, precipitado de uma solução de sulfato de urânio e purificado pelo processo de troca iônica. Este último não se mostrou adequado como o primeiro para a produção de  $UO_2$  de boas características para a sinterização, motivo pelo qual não foi testado nesta experiência. No entanto, como tendência geral, acredito que o comportamento do pó pode ser extrapolado das conclusões deste trabalho.

CARLOS RODRIGUEZ (3) — Não me ficou claro a densidade do pó com o tempo de moagem, pois nas micrografias mostradas existia uma diferença significativa entre o tamanho de grão do pó com 15 e 30 h de moagem. Por que essa granulação não influi na densidade do pó?

I. NISHIOKA — Não; a primeira micrografia era de um pó com 5 h de moagem.

(\*) *Nota Preliminar Sobre Caracterização de  $UO_2$  Para a Fabricação de Elementos Combustíveis* — Metalurgia, n.º 143, v. 25, p. 733-740.

(3) Licenciado em Física; Pesquisador da CNEA; Buenos Aires, Argentina.

#### A B S T R A C T

In this paper are studied the effects of the comminution of  $UO_2$  powders in ball mills and the influence on the sintering of the ground powders in fixed conditions. Discussion of the results is made, with reference to the influence of milling time on specific surface of the powder, O/U ratio and density of the sintered pellets obtained at fixed sintering conditions.

#### R E S U M É

Dans ce travail on présente les résultats d'une analyse de la influence de la mouture dans un moulin à boules sur les caractéristiques des poudres de  $UO_2$  et de leur comportement dans frittage.

On discute les résultats obtenus de densité de pastilles frittées de  $UO_2$  et la corrélation avec les valeurs de surface spécifique et de relation O/U, avec le temps de mouture. ©

#### R E S U M E N

Se hace, en el presente trabajo, un análisis de la influencia de la trituración en máquinas esféricas sobre las características del polvo de  $UO_2$  y su "sinterabilidad". Se discuten los resultados obtenidos de superficie específica, tamaño medio de las partículas, relación O/U y densidades de la pastilla "sinterizada" con el tiempo de trituración.