

**DESCRIÇÃO DO "FORNO GRESIL I" PARA IRRADIAÇÃO DE AMOSTRAS
NO REATOR E MEDIDA DE SUA RESISTÊNCIA ELÉTRICA**

*PHILIPPE BROSSON, GEORGE LUCKI, HERCÍLIO RECHENBERG,
LAURA SORDI e RAPHAEL TIBERGHIE*

PUBLICAÇÃO IEA N.º 212
Maio — 1970

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

CNEN - DPCT
RECEBIDO EM
26/01/1971
Luiz Blum

DESCRIÇÃO DO "FORNO GRESIL I" PARA IRRADIAÇÃO DE AMOSTRAS
NO REATOR E MEDIDA DE SUA RESISTÊNCIA ELÉTRICA

Philippe Brosson, George Lucki, Hercílio Rechenberg,
Laura Sordi e Raphael Tiberghien

GRUPO GRESIL
Instituto de Energia Atômica
São Paulo - Brasil

Publicação IEA Nº 212
Maio - 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

DESCRIÇÃO DO "FORNO GRESIL 1" PARA IRRADIAÇÃO DE AMOSTRAS
NO REATOR E MEDIDA DE SUA RESISTÊNCIA ELÉTRICA

Philippe Brosson*, George Lucki**, Hercílio Rechenberg**
Laura Sordi** e Raphael Tiberghien*

RESUMO

Descrevemos um dispositivo que permite medir a resistência elétrica de pequenas amostras em forma de fios. É possível submeter as amostras a uma irradiação neutrônica (reator de piscina) e acompanhar a evolução de sua resistividade.

A amostra é colocada no interior de um forno a ser descrito. A estabilidade da temperatura é controlada e pode-se realizar qualquer tipo de tratamento térmico no intervalo de 100°C a 600°C. Isso possibilita diversos estudos de física de estado sólido.

Este tipo de forno está sendo utilizado nos reatores Me lusine, em Grenoble, e IEAR-1, em São Paulo.

Compreende:

- dispositivo de irradiação - (fig. 1)
- dispositivo de regulagem de temperatura - (fig. 2)
- circuito de medida de resistência elétrica - (fig. 3)

As particularidades deste conjunto são, as de permitir uma variação de temperatura de 100°C a 600°C e de ocupar no carroço do reator IEAR-1 só um quarto do espaço de um elemento combustível do tipo MTR, utilizando pequena potência de aquecimento.

Encontram-se, em anexo, os cálculos sobre a troca de ca lor do dispositivo de irradiação.

* Comissionado junto ao Instituto de Energia Atômica - Centre d'études Nucléaires - Grenoble - France.

** Instituto de Energia Atômica - São Paulo - Brasil.

I - DISPOSITIVO DE IRRADIAÇÃO

1.1 - Princípio de funcionamento

Além do aquecimento nuclear, que não é desprezível (0,25 W/g, com reator crítico em 2MW), utiliza-se o aquecimento elétrico, por efeito Joule, numa resistência enrolada em torno do porta-amostra.

Preenche-se o dispositivo com o gás hélio (1,5 atmosferas) que tem por finalidade facilitar a troca de calor e evitar a oxidação da amostra.

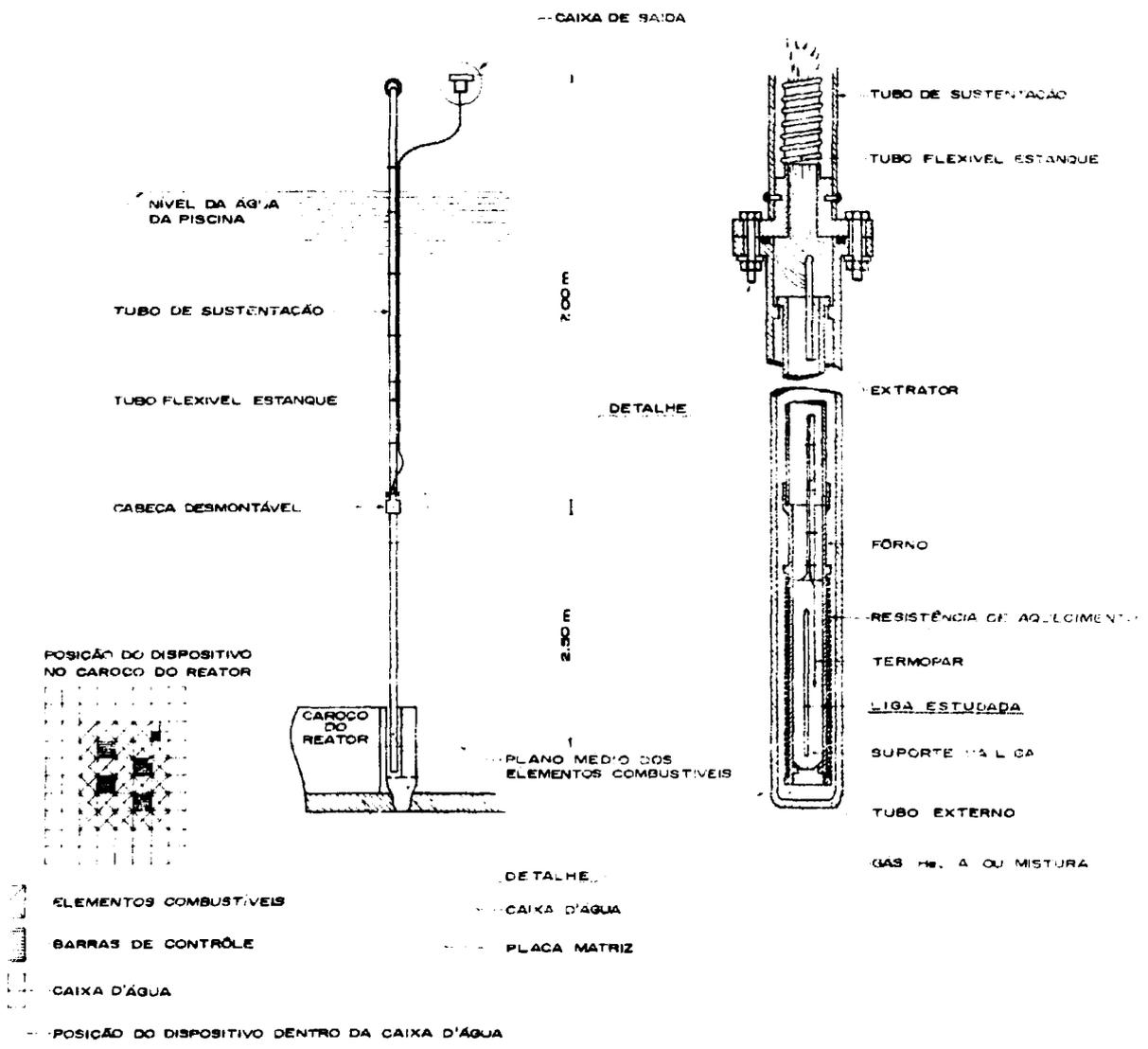
Para irradiações a altas temperaturas, usa-se geralmente uma mistura do tipo argônio-hélio

1.2 - Descrição (Fig. 1)

O dispositivo é um conjunto estanque, compreendendo:

- na parte inferior, um tubo de alumínio (Al 1100) de 2.500 mm de comprimento com um diâmetro externo de 32 mm. Este tubo, que contém o forno propriamente dito, é introduzido num suporte em posição contígua ao carôço do reator;
- um cabeçote desmontável acima da parte inferior e sobre o qual está soldado um tubo flexível também estanque. O cabeçote desmontável permite colocar e retirar as amostras;
- uma caixa de saída. Todas as conexões estanques dos fios são feitas por meio de "pérolas de vidro";
- um suporte de alumínio (Al 1100) que sustenta o forno.

O forno propriamente dito é um cilindro de aço inoxidável com 160 mm de comprimento dentro do qual é introduzido o suporte da amostra. Os diâmetros, interno e externo, do cilindro são de 14 e 15 mm. Sobre este cilindro é enrolada a resistência de



ESQUEMA DO DISPOSITIVO PARA IRRADIAÇÃO

FIGURA 1

aquecimento, do tipo "thermocox" (condutor: níquel-cromo; capa: inonel; isolante: óxido de magnésio) com 1 mm de diâmetro. A temperatura é controlada por um termopar de níquel/níquel-cromo fixado dentro do suporte de amostra.

1.3 - Colocação e retirada de amostras

A colocação e a retirada de amostras são realizadas abrindo-se o dispositivo ao nível do cabeçote desmontável e utilizando-se o extrator no qual está prêsso o suporte de amostra. A posição do cabeçote desmontável no dispositivo facilita essas operações.

II - DISPOSITIVO DE REGULAGEM DA TEMPERATURA

A irradiação e as medidas devem ser feitas em temperaturas bem controladas e, portanto, a precisão desejada implica na utilização de um regulador de temperatura.

Como o forno é de pequena inércia térmica, êste dispositivo elimina os efeitos das flutuações, tanto na tensão da rêde elétrica como do aquecimento nuclear, corrigindo automaticamente a corrente de aquecimento.

2.1 - Princípio de funcionamento

Como desejamos que a amostra fique a uma temperatura T_0 , é necessário impor que a diferença $T - T_0$, onde T é a temperatura real medida, seja a menor possível.

A tensão V do termopar da amostra é comparada com a tensão fixada anteriormente e representativa da temperatura T_0 . Essa diferença é analisada e conforme seja ela, positiva ou negativa, comanda, num sentido ou noutro, uma variação da corrente de aquecimento do forno.

Com êste tipo de auto-contrôle obtêm-se naturalmente a estabilização da temperatura.

2.2 - Realização da regulagem (Fig. 2)

A tensão de referência é fornecida por uma bateria de 2V especialmente estável, utilizando-se um divisor de tensão. A diferença entre essa tensão e a do termopar da amostra é enviada a um registrador MECI do tipo "Minipont". O registro dá a visualização das variações de temperatura do forno.

Faz-se o comando da variação da corrente de aquecimento por meio de um sistema de relés com duas possibilidades, conforme a amplitude desejada:

- "tudo-nada" - se a corrente do forno deve passar de um certo valor a zero;
- "tudo-pouco" - se o valor da corrente mudar para um valor um pouco menor.

Esta escolha é feita manualmente.

No caso "tudo-pouco" a diferença entre os dois valores da corrente pode ser ajustada afim de obter-se uma regulagem mais fina.

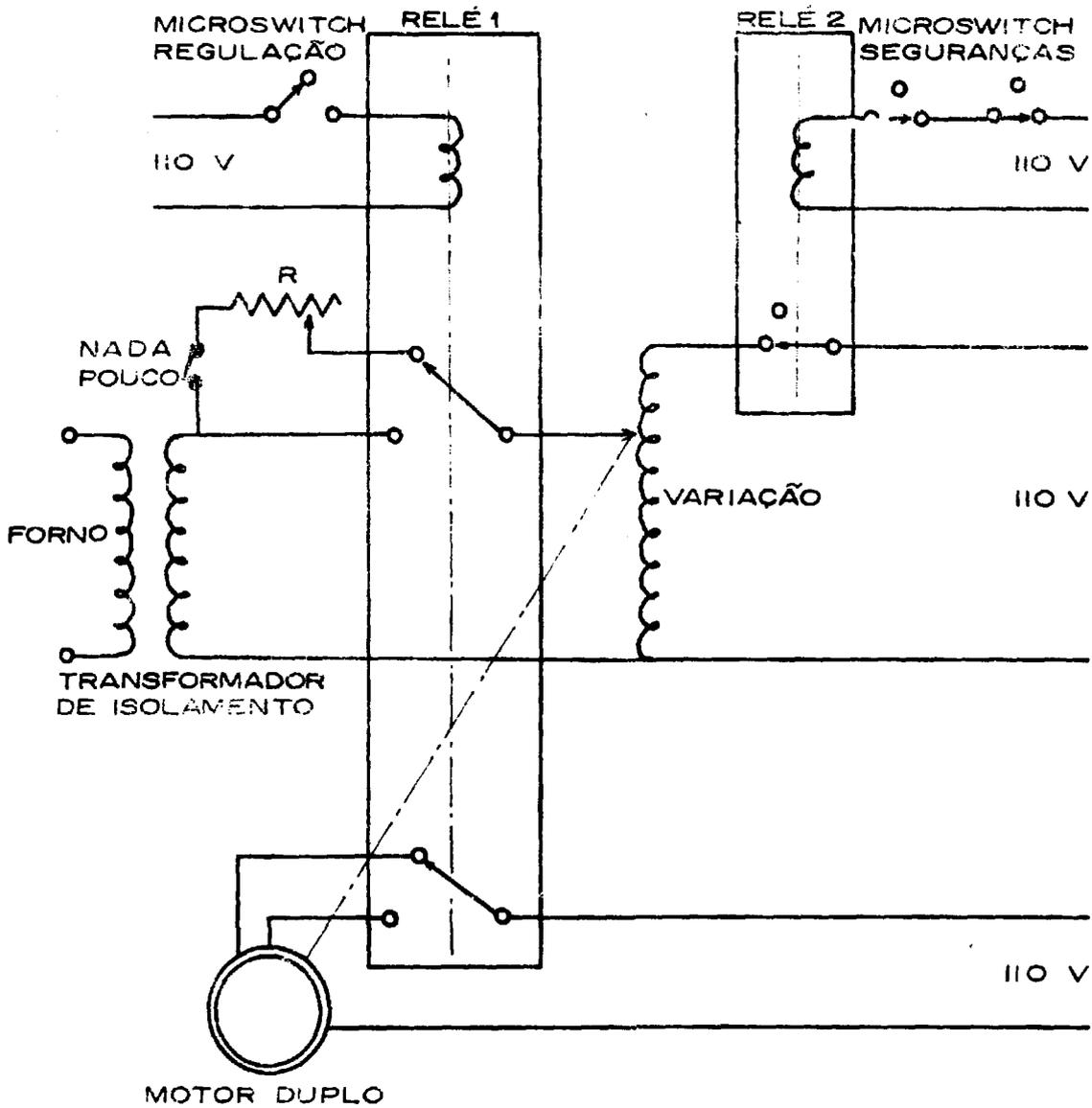
Um motor, que tem dois sentidos de rotação, é acoplado ao "Variac" fornecedor da tensão de aquecimento do forno. Ele amortece as variações da corrente, que muda bruscamente.

Um sistema de segurança corta a corrente do forno no caso de ocorrer uma grande variação de temperatura. Se o cursor do "Minipont" sair de um certo intervalo, de largura regulável, em torno do ponto de regulagem, abre-se um microrruptor e o aquecimento é cortado, desligando-se definitivamente o aparelho.

Com estes refinamentos o forno acima descrito tem uma estabilidade média da ordem de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

III - CIRCUITO DE MEDIDA DE RESISTÊNCIA ELÉTRICA

3.1 - Princípio de medida



ESQUEMA SIMPLIFICADO DO DISPOSITIVO DE REGULAGEM DA TEMPERATURA

FIGURA 2

Utiliza-se o método mais simples que consiste na de terminação da resistência medindo a corrente e a tensão da amostra (método dos quatro fios) (Fig. 3).

3.2 - Realização das medidas

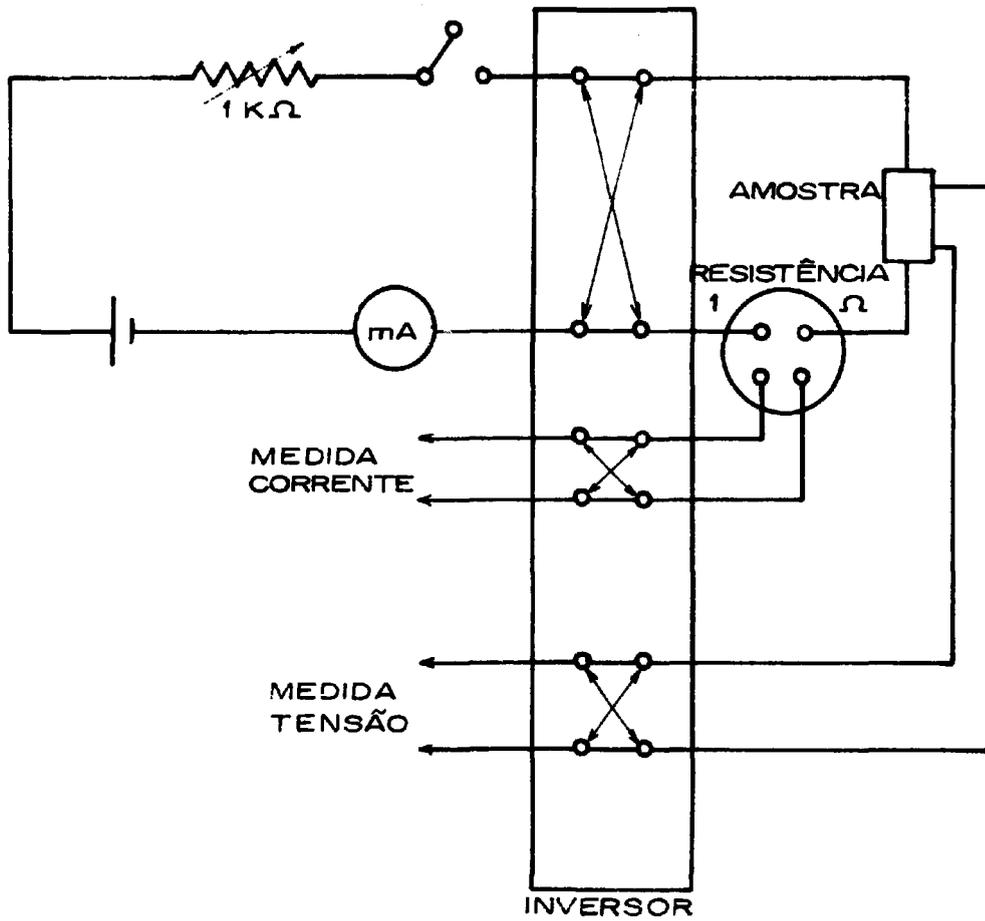
A corrente usada, fornecida por acumuladores comuns, é da ordem de 20 mA para uma resistência de aproximadamente 1 Ω .

Efetua-se as medidas utilizando-se uma ponte potenciométrica SKM MECI. Uma chave inversora permite medir a resistência nos dois sentidos da corrente, eliminando assim as tensões provocadas pelas forças termoelétricas.

O intervalo de oscilação da temperatura da amostra é de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ em torno da temperatura fixada. Portanto, como se deseja uma boa precisão, deve-se escolher um determinado ponto dentro do intervalo e fazer as medidas sempre que a temperatura estiver exatamente nesse ponto.

Nas experiências por nós realizadas o ponto escolhido correspondia à temperatura média do intervalo de oscilação. Obteve-se, assim, uma precisão relativa de 10^{-4} na medida da resistência.

NOTA - Nas experiências realizadas as amostras eram fios de 0,3 mm de diâmetro, presos entre as duas metades semi-cilíndricas do suporte de alumínio puro (de curto período radioativo). A superfície do porta-amostra é isolada eletricamente por meio de uma camada de óxido de alumínio depositada anódicamente.



CIRCUITO DE MEDIDA DE
RESISTÊNCIA ELÉTRICA

FIGURA 3

A N E X O

CÁLCULO DO AQUECIMENTO PARA 2 GASES DE PREENCHIMENTO:

ARGÔNIO E HÉLIO

Principais características:

- Temperatura máxima do forno: 600°C
- Temperatura do tubo de irradiação: 35°C (temperatura da piscina)
- Atmosfera de hélio acima de uma atmosfera, sem circulação
- Comprimento total do dispositivo de irradiação: 9,700 mm

A temperatura atingida pela amostra é provocada:

- 1) pelo aquecimento nuclear ("gamma Heating")
- 2) pelo aquecimento elétrico

A figura 4 ilustra a secção longitudinal do dispositivo ao nível da amostra. Podem-se distinguir:

- o tubo de irradiação (Al)
os cálculos foram feitos para dois tubos diferentes:
 - tubo nº 1, diâmetros: 22 - 32 mm
 - tubo nº 2, diâmetros: 28,6 - 31,8
- uma primeira camada cilíndrica de gás
- o enrolamento do forno - resistência de aquecimento $\emptyset=1\text{mm}$
 - forno $\emptyset = 14 - 15 \text{ mm}$

- uma segunda camada cilíndrica de gás
- o suporte de amostra $\emptyset = 13,6 \text{ mm}$ (Al)

O aquecimento global é causado:

- 1) pelo aquecimento no suporte de alumínio
- 2) pelo aquecimento no forno de aço inoxidável (considerou-se desprezível o aquecimento no enrolamento do forno)

SECÇÃO LONGITUDINAL DO DISPOSITIVO AO NÍVEL DA AMOSTRA

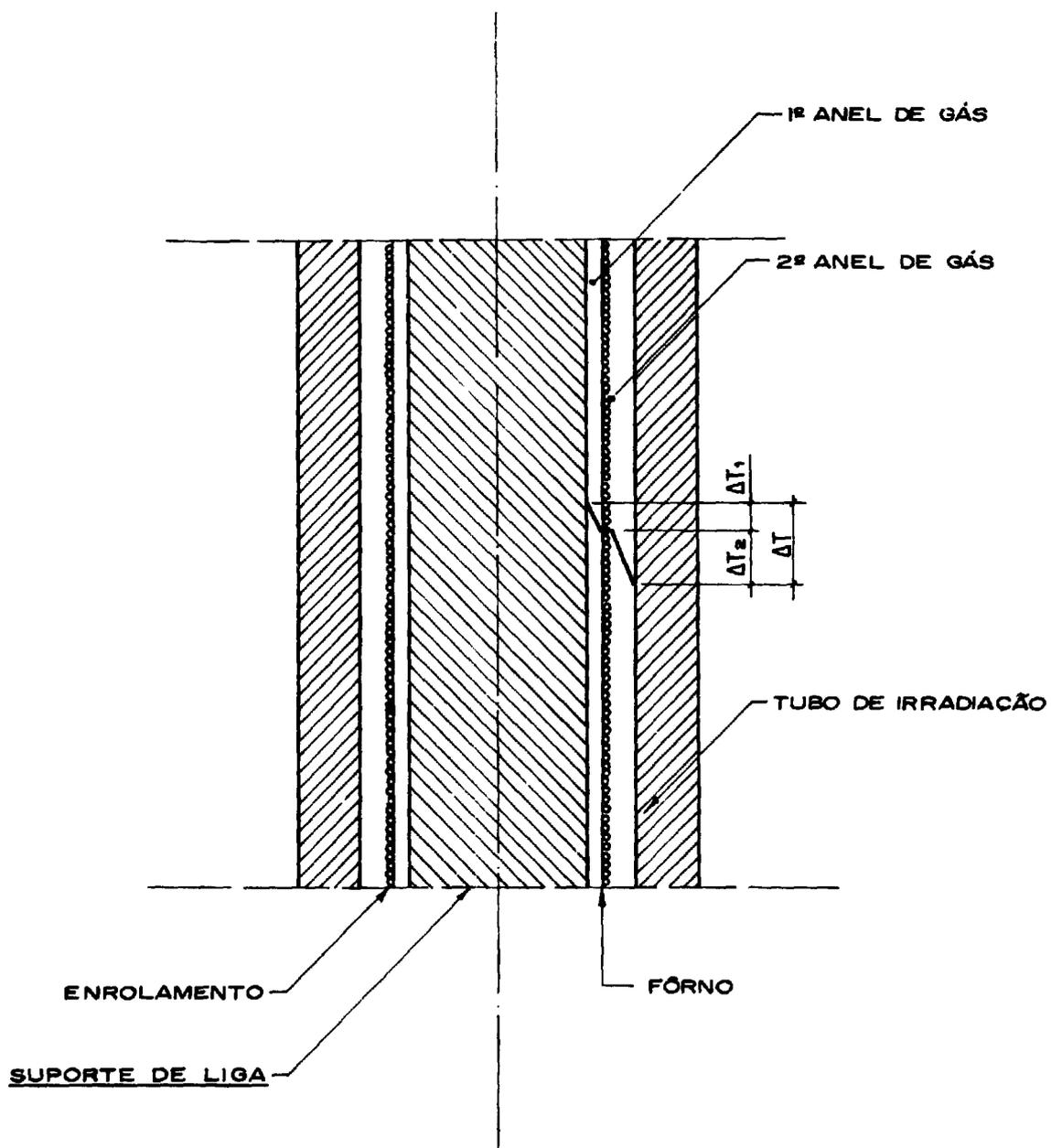


FIGURA 4

3) pelo aquecimento elétrico

Ao fazer-se o cálculo do aquecimento:

- 1) desprezaram-se as correntes térmicas
- 2) supôs-se nulo o gradiente de temperatura no forno
- 3) admitiu-se que a temperatura do tubo de irradiação é igual à da água da piscina ($\sim 35^{\circ}\text{C}$) (refrigeração por convecção forçada)
- 4) considerou-se o aquecimento em watt por centímetro de altura.

A resistência térmica é constituída por duas camadas de gás ("gas gap") em série:

<u>denominação da camada</u>	<u>resistência da camada</u>	<u>espessura da camada</u>
1	R_1	14 - 13,6 mm
2	R_2	22 - 17 mm
2'	R_2'	28,6 - 17 mm

Denominaremos o aquecimento gama, no suporte, expresso em w/cm, de ϕ_1 ; no forno, de ϕ_2 e o aquecimento elétrico de ϕ_e .

Resistência térmica (R_1) da camada 1 de gás por centímetro de altura:

$$R_1 = \frac{1}{2\pi\lambda} \ln \frac{r_e}{r_i} = \frac{1}{2\pi\lambda} \ln \frac{7}{6,8}$$

$$R_1 = \frac{4,4 \cdot 10^{-3}}{\lambda} \quad ({}^{\circ}\text{C cm/w})$$

onde r_e é o raio externo, de 7 mm, r_i o raio interno, de 6,8 mm, e λ a condutividade térmica.

Resistência térmica (R_2) da camada 2 de gás por centímetro de altura:

$$R_2 = \frac{1}{2\pi\lambda} \ln \frac{11}{8,5}$$
$$R_2 = \frac{4,3 \cdot 10^{-3}}{\lambda} \quad (^\circ\text{C cm/w})$$

onde o raio externo é 11 mm e o raio interno, 8,5 mm.

Resistência térmica (R'_2) da camada 2' de gás por centímetro de altura:

$$R'_2 = \frac{1}{2\pi\lambda} \ln \frac{14,3}{8,5}$$
$$R'_2 = \frac{83 \cdot 10^{-3}}{\lambda} \quad (^\circ\text{C cm/w})$$

Portanto, qualquer que seja o tubo de irradiação, temos que o aquecimento total ΔT é a soma do aquecimento ΔT_1 da camada 1 e ΔT_2 da camada 2, logo:

$$\Delta T = \Delta T_1 + \Delta T_2$$

Levando em conta as suposições feitas anteriormente resulta:

$$\Delta T = \Delta T_1 + \Delta T_2 = R_1\phi_1 + R_2(\phi_1 + \phi_2 + \phi_e)$$

$$\Delta T = \phi_1 (R_1 + R_2) + R_2 (\phi_e + \phi_2)$$

A.1 - AQUECIMENTO GAMA - "GAMMA HEATING": reator crítico em 2Mw

Neste caso $\phi_e = 0$ então:

$$\Delta T = \phi_1 (R_1 + R_2) + R_2\phi_2$$

O fluxo gama (com o reator crítico em 2Mw) foi medido

com a ajuda de um calorímetro de grafita que fornece o valor do aquecimento em w/g, na grafita. No local do dispositivo o fluxo gama é de 0,25 w/g. Adotou-se o mesmo valor para o alumínio e para o aço inoxidável.

Os aquecimentos nucleares por centímetro de altura encontram-se na tabela abaixo:

Reator crítico em 2Mw

Elemento	Diâmetro (mm)	Densidade	Massa (g)	Aquecimento (w/cm)
Suporte	13,6	2,7	3,9	$\phi_1 = 0,98$
Forno	14 - 15	7,9	1,9	$\phi_2 = 0,48$

Desenvolveremos, separadamente, o cálculo para os dois gases: hélio e argônio.

A.1.1 - Gás de Preenchimento: Hélio

A condutividade térmica λ depende da temperatura do gás. Se T é a temperatura da amostra, a temperatura média do gás será $\frac{T + 35}{2}$ (35°C: temperatura da água da piscina); os valores $\lambda = f(T)$ vêm do "Nuclear Engineering Handbook", de E. Thergington.

Tubo nº 1

diâmetros: 22 - 32 mm

"gas-gap": 17 - 22 mm

$$R_1 = \frac{4,4 \cdot 10^{-3}}{\lambda} \quad R_2 = \frac{43 \cdot 10^{-3}}{\lambda}$$

Escolhendo-se a temperatura de 80°C λ é igual a 1,6 .
 $\cdot 10^{-3}$ w/cm, donde:

$$\Delta T = \frac{0,98 \cdot (4,4+43) \cdot 10^{-3}}{1,6 \cdot 10^{-3}} + \frac{43 \cdot 10^{-3} \cdot 0,48}{1,6 \cdot 10^{-3}}$$

$$\Delta T = 42^{\circ}\text{C}$$

O valor encontrado experimentalmente foi: $\Delta T = 46^{\circ}\text{C}$.

Tubo nº 2

diâmetros: 28,6 - 31,8 mm

"gas-gap": 17 - 28,6 mm

Analogamente:

ΔT teórico = 78°C

ΔT experimental = 90°C

A.1.2 - Gás de Preenchimento: Argônio

Tubo nº 1

diâmetros: 22 - 32 mm

"gas-gap": 17 - 22 mm

Escolhendo-se a temperatura de 300°C λ é igual a $2,4 \cdot 10^{-4}$ w/cm^oC donde:

$$\Delta T = \frac{0,98 \cdot 47,4 \cdot 10^{-3}}{2,4 \cdot 10^{-4}} + \frac{4,3 \cdot 10^{-3} \cdot 0,48}{2,4 \cdot 10^{-4}}$$

$$\Delta T = 280^{\circ}\text{C}$$

O valor experimental resultante foi: $\Delta T = 185^{\circ}\text{C}$

Tubo nº 2

Com êste tubo não foram feitos nem o cálculo nem a experiência, pois a temperatura atingida seria muito elevada para o

nosso dispositivo (grande "gas gap" e má condutividade térmica do argônio).

A.1.3 - Conclusão

- Com o hélio como gás de troca, há uma boa concordância entre os valores teóricos e experimentais.
- Com o argônio, o valor experimental é menor do que o valor teórico. Isso é explicado pelo fato do argônio ser um mau condutor de calor, o que causa apreciáveis correntes de convecção.
- Reproduzimos abaixo o resumo sob a forma de tabela, dando ΔT para diferentes potências do reator (supondo que o dispositivo esteja no mesmo local).

Potência do Reator			2 Mw	5 Mw	10 Mw
"Gamma Heating"			0,25 w/g	0,62 w/g	1,25 w/g
G Á S D E T R O C A	Hélio	Tubo nº 1	42° C	105° C	210° C
		Tubo nº 2	90° C	226° C	450° C
	Argônio	Tubo nº 1	185° C	460° C	920° C
		Tubo nº 2	-	-	-

ΔT - diferença de temperatura entre a amostra e a água.

- A potência de 5 Mw, utilizando-se o hélio como gás de troca, as irradiações em temperaturas inferiores a 200° C não vão ser possíveis com o tubo nº 2.
- A 10 Mw será necessário colocar o dispositivo em um fluxo gama mais fraco se se deseja irradiar a partir de ... 100° C.

A.2 - AQUECIMENTO ELÉTRICO: dispositivo fora do caroço, mas dentro da água.

Com o tubo 1 conduziu-se a experiência utilizando-se os dois gases: hélio e argônio. Com o tubo 2 usou-se somente o hélio, porque com o argônio, mesmo usando pequenas potências, as temperaturas atingidas seriam muito altas.

A variação de temperatura fornecida pelo aquecimento elétrico é:

$$T = R_e \phi_e$$

onde ϕ_e é a potência elétrica de aquecimento em w/cm (o forno é enrolado em espirais muito próximas).

Utilizou-se um forno com as características seguintes:

$$R = 25 \text{ ohms} \quad (\text{resistência de aquecimento})$$

$$L = 16 \text{ cm} \quad (\text{comprimento})$$

Tensão máxima de entrada: 110 V.

Portanto, o aquecimento elétrico máximo é: 30 w/cm.

A Figura 5 indica as curvas teóricas e experimentais de ΔT em função de ϕ_e :

$$T = f(\phi_e)$$

- Nota-se, na figura referida, que os valores experimentais são sempre inferiores aos valores teóricos, sobretudo no caso do argônio onde as correntes de convecção foram desprezadas.
- Como a temperatura de fusão do suporte de amostra de alumínio é 650°C , aproximadamente, deve-se impor o limite máximo de 600°C .
- Com hélio no tubo nº 1 ("gas gap" pequeno 17 - 22mm)

CURVAS EXPERIMENTAIS E TEÓRICAS
DE AQUECIMENTO ELÉTRICO

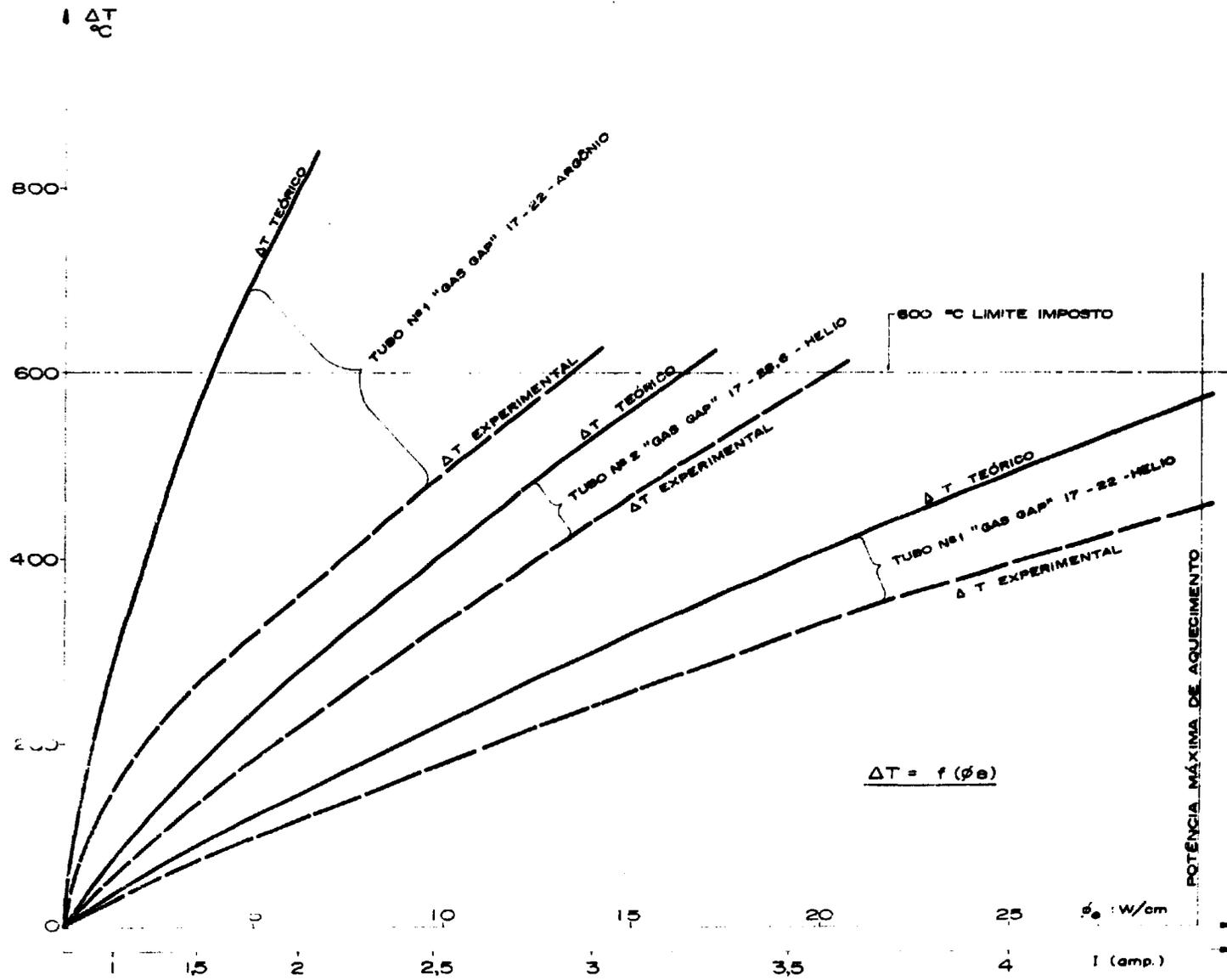


FIGURA 5

a temperatura limite não pôde ser alcançada.

- Com hêlio no tubo nº 2, a temperatura limite foi obtida por um aquecimento da ordem de 14 w/cm.

Na tabela que segue apresentamos, de forma resumida, a potência em w/cm, necessária para obter uma temperatura da ordem de 600°C.

	Tubo nº 1	Tubo nº 2
	"gas gap" = 17 - 22 mm	"gas gap" = 17 - 28,6 mm
Hélio	mais que 30 w/cm	20 w/cm
Argônio	14 w/cm	

A.3 - AQUECIMENTO GAMA E AQUECIMENTO ELÉTRICO: dispositivo dentro do caroço do reator.

Analogamente ao caso anterior as experiências foram realizadas com hêlio para os tubos 1 e 2, e com argônio apenas para o tubo 1. À potência de 2 Mw o aquecimento gama é de 0,25 w/g.

A figura 6 contém os resultados obtidos. Pode-se notar que para o hêlio no tubo 1, os valores experimentais são um pouco menores do que os teóricos.

Em resumo, a potência, em w/cm, necessária para se obter a temperatura de 600°C é a seguinte:

	Tubo nº 1	Tubo nº 2
	"gas gap" = 17 - 22 mm	"gas gap" = 17 - 28,6 mm
Hélio	28 w/cm	18 w/cm
Argônio	12 w/cm	

CURVAS EXPERIMENTAIS E TEÓRICAS DE
AQUECIMENTO GAMA COM AQUECIMENTO ELÉTRICO

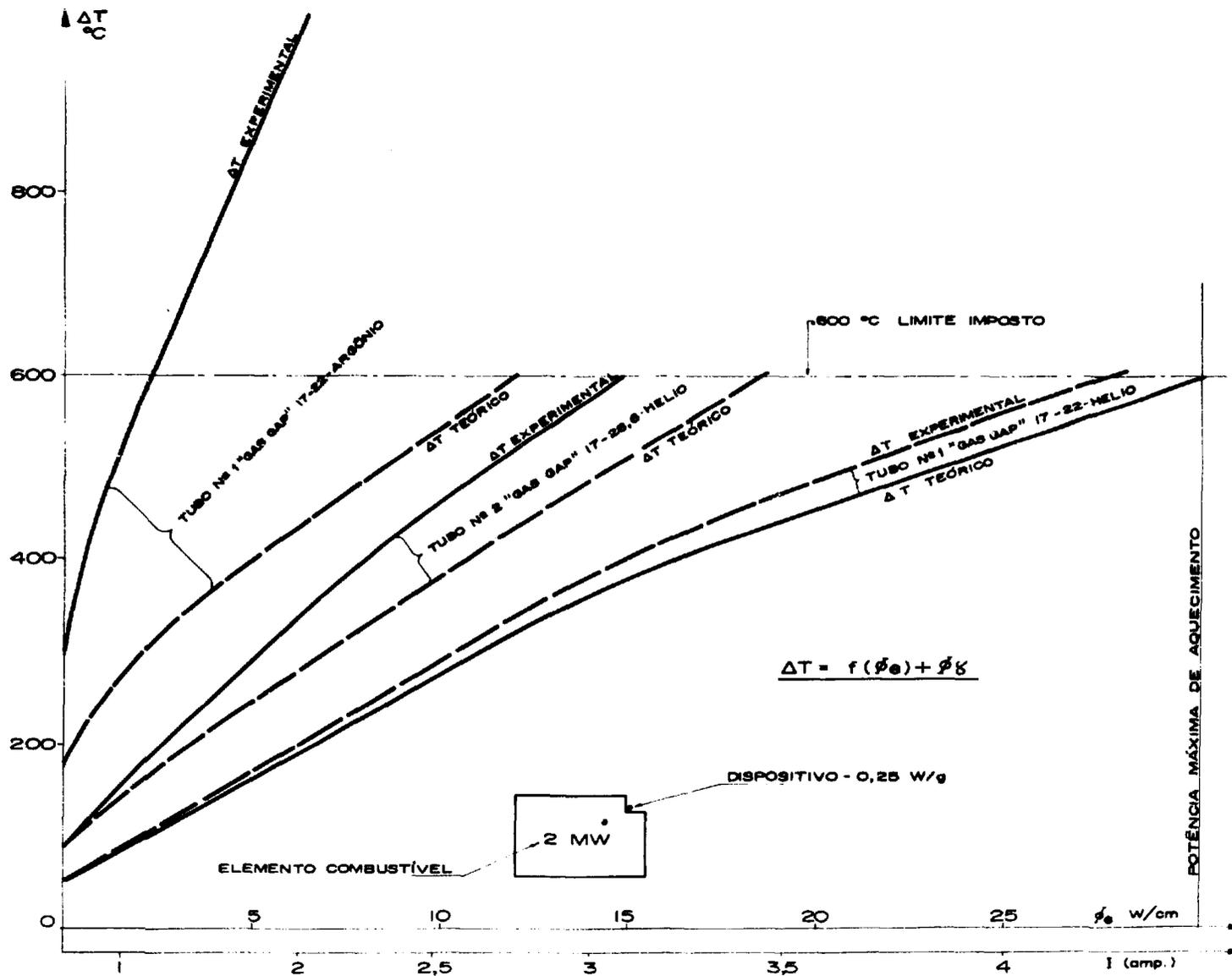


FIGURA 6

ABSTRACT

We describe an apparatus for measuring electrical resistivity in short wire samples. With this device it is possible to expose the samples to a neutron irradiation (swimming pool reactor) and to follow the evolution of their resistivity.

The sample is placed inside the oven to be described. Thermal treatment is selectable between 100° and 600°C, allowing several studies in solid state physics.

RESUMÉ

Nous décrivons un dispositif permettant de mesurer la résistance électrique d'échantillons filiformes de petite taille. Il est possible de soumettre les échantillons à une irradiation neutronique (reacteur de type piscine) et de suivre l'évolution de leur résistivité.

A l'aide d'un four entourant l'échantillon, il est possible de lui faire subir n'importe quel type de traitement thermique entre 100° et 600°C. Diverses études de physique du solide, peuvent être ainsi entreprises.

RIASSUNTO

Descriviamo un dispositivo che permette misurare la resistenza elettrica di piccoli campioni filiformi. È possibile sottoporre i campioni a una irradiazione neutronica (reattore a piscina) e seguire l'evoluzione della loro resistività.

Con l'aiuto di un forno che circonda il campione, è possibile sottoporlo a qualsiasi tipo di trattamento termico tra 100° e 600°C. Vari studi di fisica dei solidi possono, in questo modo, essere intrapresi.