



22 a 27 de abril de 1990

ANAIS - PROCEEDINGS

DEPOSIÇÃO ELETROFORÉTICA DE BORO-10 EM ELETRODOS
DE DETECTORES DE NÊUTRONS

Maria Helena de Oliveira Sampa
Laércio Antonio Vinhas
José Mauro Vieira

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Caixa Postal 11049 - Pinheiros
05508 - São Paulo - BRASIL

SUMÁRIO

Desenvolveu-se o processo de deposição de boro-10, por eletroforese, em substratos de alumínio de grandes superfícies, destinados à construção de detectores de nêutrons. Após a definição e otimização dos parâmetros do processo, realizaram-se deposições de boro-10 em cilindros de alumínio utilizados como eletrodos em câmaras de ionização compensada e não compensada à radiação gama e em detectores proporcionais. Esses protótipos, projetados e construídos no IPEN-CNEN/SP, foram submetidos a testes de caracterização no reator IEA-R1, tendo atendido satisfatoriamente as especificações técnicas do projeto.

ABSTRACT

Process of boron-10 electrophoresis on large area of aluminum substrates was developed with the aim of using them in the construction of neutron detectors. After definition and optimization of the boron electrophoresis parameters, depositions of boron-10 on aluminum cylinders were performed and used as electrodes in gamma compensated and non-compensated ionization chambers and in proportional detectors. These prototypes were designed and builded at IPEN-CNEN-SP, and submitted for characterization tests at IEA-R1 reactor, and they fulfil the technical specifications of the project.

INTRODUÇÃO

A opção de uma tecnologia nuclear autônoma no País, tornou necessário o desenvolvimento e a construção de detectores de radiação, entre os quais os de nêutrons que são essenciais para a operação dos reatores nucleares.

Portanto, desenvolveu-se um processo de deposição de boro-10, pelo método da eletroforese, em substratos de alumínio de grandes superfícies, de modo que pudessem ser utilizados na construção de detectores de nêutrons, entre os quais as câmaras de ionização compensada e não compensada à radiação gama e os detectores proporcionais.

Estudou-se sistematicamente a influência dos parâmetros básicos de deposição, e a partir de seu estabelecimento, otimizou-se o método.

Após esse desenvolvimento, construíram-se e testaram-se protótipos de câmaras de ionização e detectores proporcionais com depósitos de boro-10, que atenderam satisfatoriamente as especificações técnicas impostas pelos projetos.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os experimentos para a definição e otimização dos parâmetros de deposição, foram realizados utilizando-se o boro amorfo de composição isotópica natural, da Merck.

O procedimento foi realizado obedecendo a seguinte sequência: preparação da superfície do substrato de alumínio, preparação da suspensão de boro, a deposição propriamente dita e o controle de qualidade da camada de boro depositada.

A preparação da superfície metálica é realizada primeiramente com um jateamento com areia sendo em seguida, submetida a um processo de desengraxamento-decapagem com soluções básicas e ácidas e imediatamente mergulhada na suspensão de boro.

A suspensão de boro é homogeneizada em álcool isopropílico e transferida para o sistema de eletroforese. Adiciona-se o álcool em uma quantidade suficiente para recobrir a área do substrato de alumínio a ser revestida e adiciona-se o eletrólito com a finalidade de aumentar o potencial eletrocinético (potencial zeta).

Durante a deposição de boro em alumínio a suspensão é resfriada e o substrato de alumínio é conectado ao polo negativo da fonte de alta tensão atuando como cátodo. Este eletrodo está envolto por um segundo tubo cilíndrico do sistema de deposição, a uma distância pré-determinada, atuando como ânodo.

Aplica-se uma diferença de potencial entre os eletrodos por um período de tempo pré-estabelecido e o substrato de alumínio é recoberto por uma camada de boro, pois as partículas foram carregadas eletricamente com a adição do eletrólito. Durante o processo de deposição a suspensão é mantida homogeneizada com um agitador magnético para evitar a sua sedimentação. Ao final, o substrato é colocado em um dessecador à vácuo para evaporar o solvente, efetuando-se, em seguida, a determinação do rendimento da deposição pela variação de massa.

O controle de qualidade da camada depositada é realizado executando-se testes para verificar a aderência e a uniformidade da camada depositada.

Adotando-se os procedimentos acima descritos, estudou-se sistematicamente a influência dos seguintes parâmetros de deposição: sistema de deposição, material do ânodo, distribuição granulométrica do boro, meio de dispersão, tipo e concentração do eletrólito adicionado à suspensão, velocidade de agitação e temperatura da suspensão durante o processo de deposição, distância e diferença de potencial entre os eletrodos, tempo de deposição, concentração de boro na suspensão e os valores do potencial zeta.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A técnica de deposição de boro por eletroforese em substratos de alumínio aqui desenvolvida, apresentou excelentes resultados.

O tratamento da superfície metálica utilizando os métodos de desengraxamento e decapagem escolhidos, permitiu a obtenção de uma superfície limpa sem alterar as suas características físicas para aplicações nucleares.

O sistema de deposição de boro para superfícies externas e internas aos substratos de alumínio, entre os vários testados, está mostrado na figura 1. Este sistema pode funcionar como uma célula eletroforética (deposição externa) ou como um reservatório da suspensão no caso de deposição interna do cilindro. Neste último caso o ânodo é colocado internamente ao cátodo de alumínio.

Os ânodos utilizados foram também construídos em alumínio, o qual é apropriado para aplicações nucleares, por apresentar uma baixa seção de choque de ativação para nêutrons térmicos e também porque a sua ativação dá origem a radioisótopos de meia-vida curta que não alteram as características de funcionamento dos eletrodos com depósito de boro.

A análise da distribuição granulométrica das partículas de boro mostrou que o material apresentava tamanho de partículas entre 2,6 micrometro a 2,8 micrometro sendo portanto adequada a

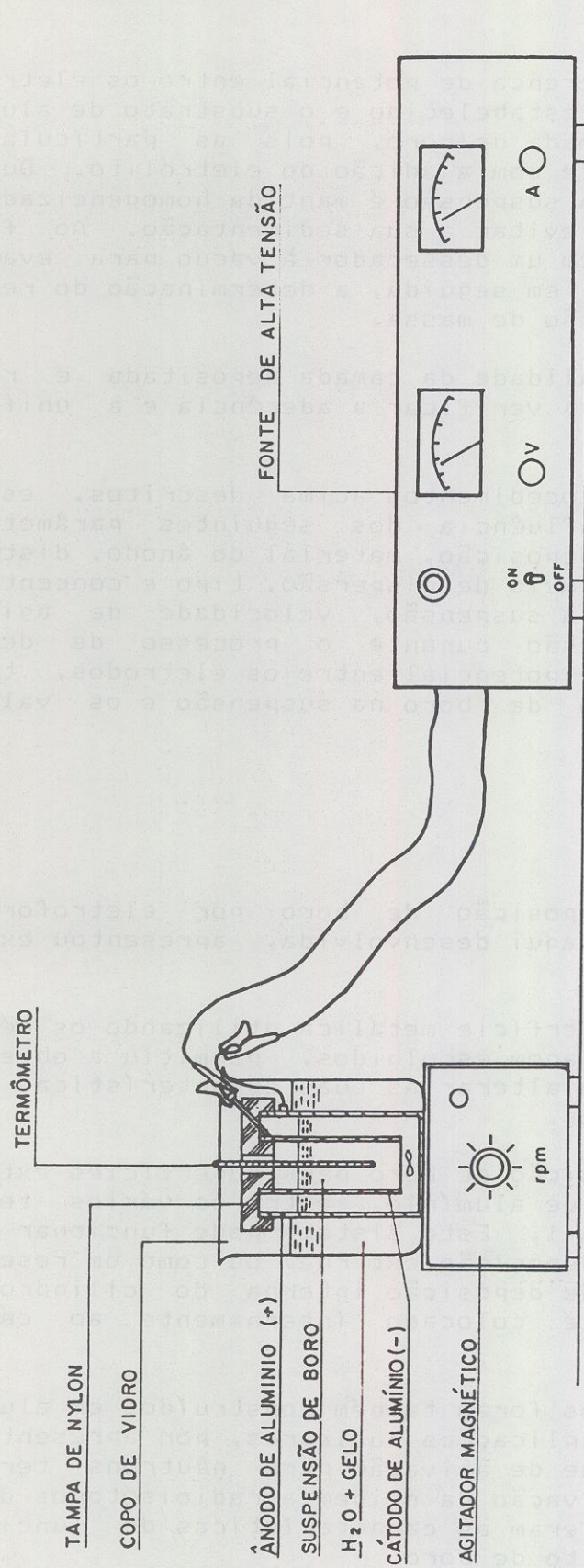


FIGURA 1. SISTEMA PARA A DEPOSIÇÃO DE BORO EM
SUBSTRATOS DE ALUMÍNIO

sua utilização na deposição por eletroforese.

O meio de dispersão que apresentou os melhores resultados em termos de rendimento de deposição e uniformidade da camada, foi o álcool isopropílico. A acetona também pode ser utilizada como meio de dispersão, mas para isso, a diferença de potencial empregada entre os eletrodos e o tempo de deposição também devem ser aumentados.

O eletrólito que apresentou a melhor taxa de deposição, entre outros testados, foi o cloreto de magnésio, que também apresentou um mínimo de contaminação na camada de boro depositada.

A velocidade de agitação e temperatura da suspensão durante o processo de deposição, são parâmetros que também foram estudados e mostraram resultados satisfatórios com valores em torno de 1000rpm e entre 10 e 13 graus centígrados, respectivamente.

A melhor distância entre os eletrodos para a realização da deposição, verificada experimentalmente, foi de 10mm. Esta distância proporcionou a obtenção de camadas depositadas uniformes e além disso, facilitou a retirada dos cilindros do sistema de deposição sem danificar os depósitos.

Observou-se um aumento no rendimento de deposição em função da diferença de potencial aplicada entre os eletrodos, e também em função do aumento do tempo de deposição, como mostra a figura 2.

Na figura 3 observa-se que o rendimento de deposição aumenta com a concentração do eletrólito adicionado independentemente do tempo de deposição e da diferença de potencial aplicada entre os eletrodos.

As medidas do potencial zeta, obtidas utilizando-se o equipamento Zeta Meter System 3.0 cujo esquema é mostrado na figura 4, comprovaram que a concentração de cloreto de magnésio que forneceu maior velocidade às partículas de boro na suspensão está acima de 60ppm, sendo que a partir dessa concentração até 2000ppm o valor do potencial zeta se mantém constante.

Os testes de aderência executados, simularam os possíveis tipos de esforços que os cilindros com a camada de boro depositada pudessem sofrer ao longo de sua utilização. Os resultados mostraram que a aderência conseguida era a requerida para a finalidade a que se destinavam os substratos de alumínio.

A uniformidade da camada de boro depositada foi verificada por transmissão de nêutrons; os resultados mostraram uma variação menor ou igual a 5%, sendo considerada adequada para a utilização dos detectores de nêutrons.

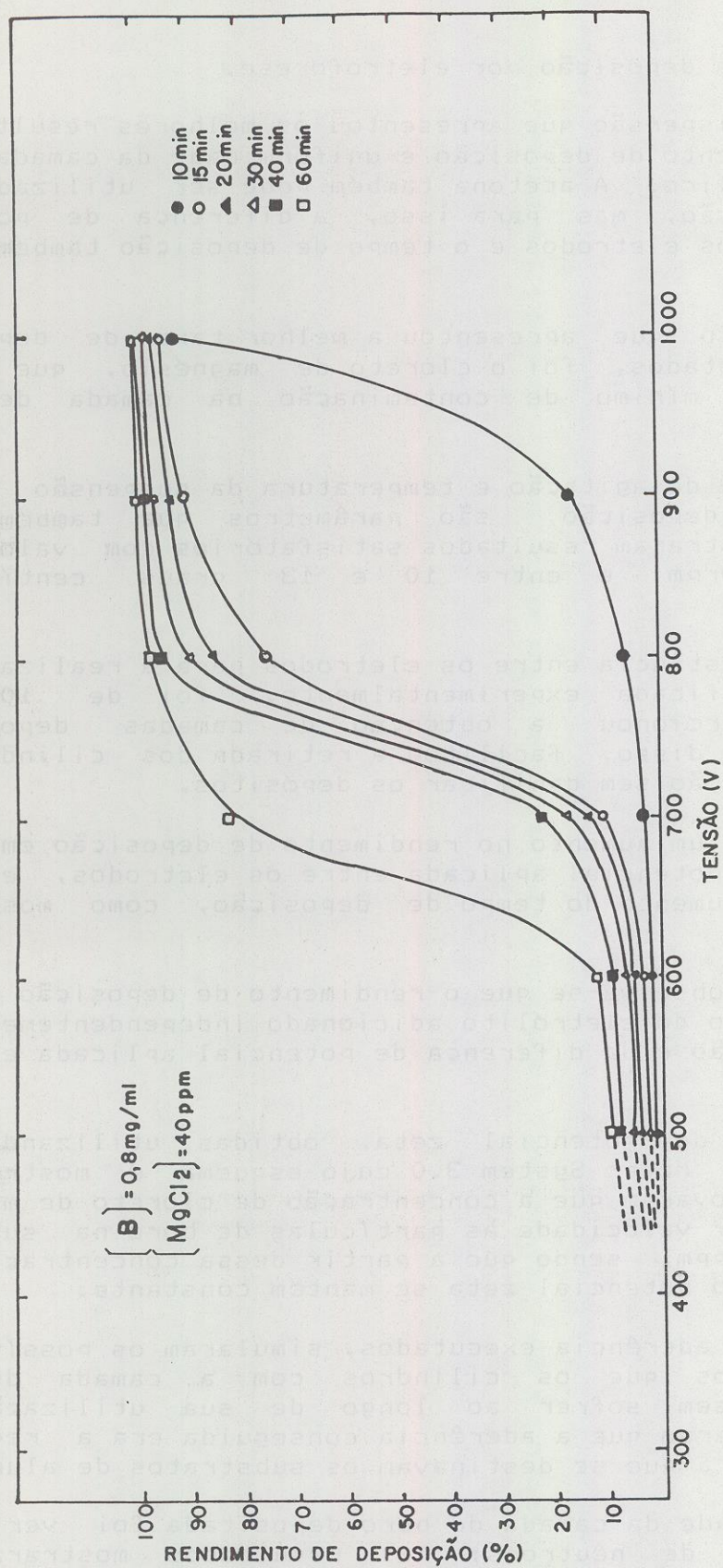


FIGURA 2. RENDIMENTO DE DEPOSIÇÃO EM FUNÇÃO DA
 DIFERENÇA DE POTENCIAL ENTRE OS ELETRODOS
 E DIFERENTES TEMPOS DE DEPOSIÇÃO

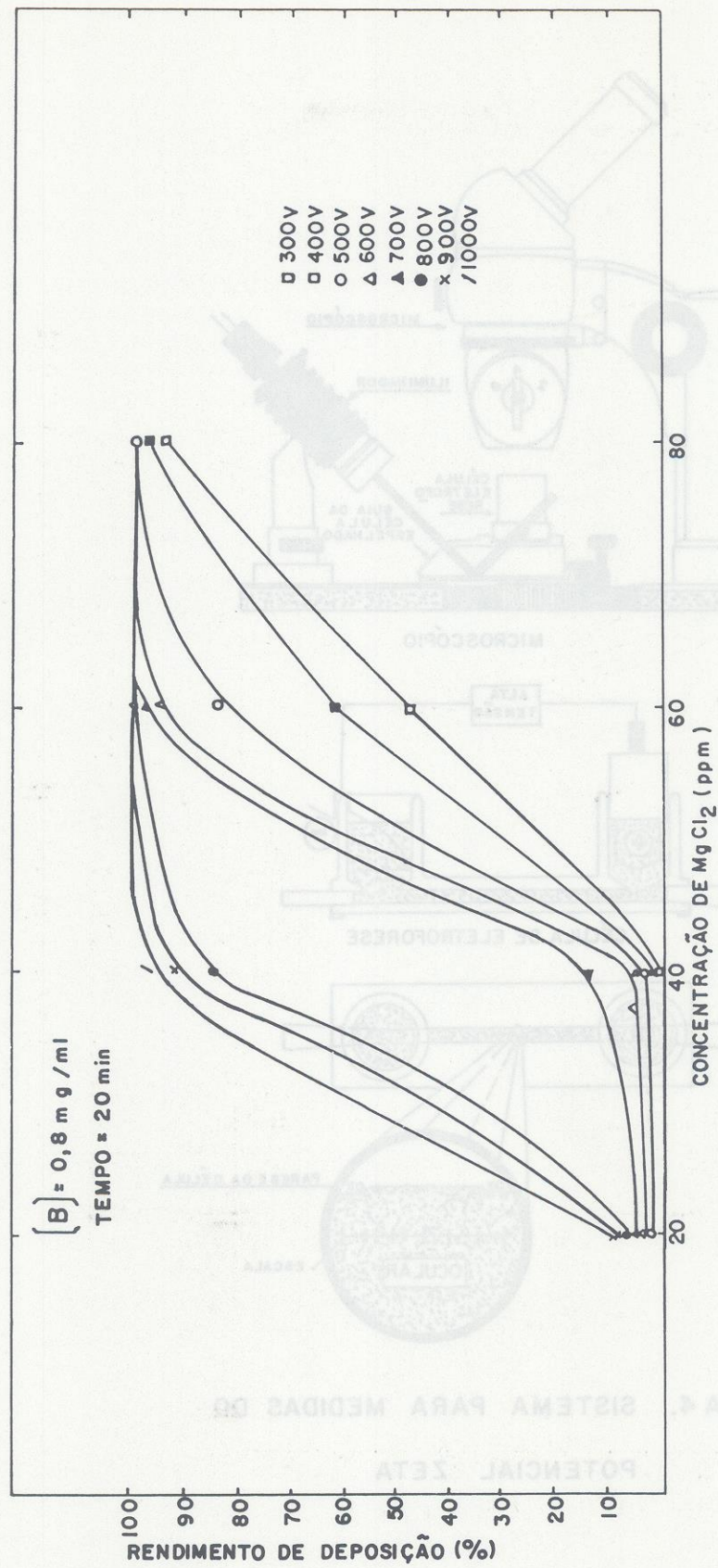


FIGURA 3. RENDIMENTO DE DEPOSIÇÃO EM FUNÇÃO DA
CONCENTRAÇÃO DE CLORETO DE MAGNÉSIO

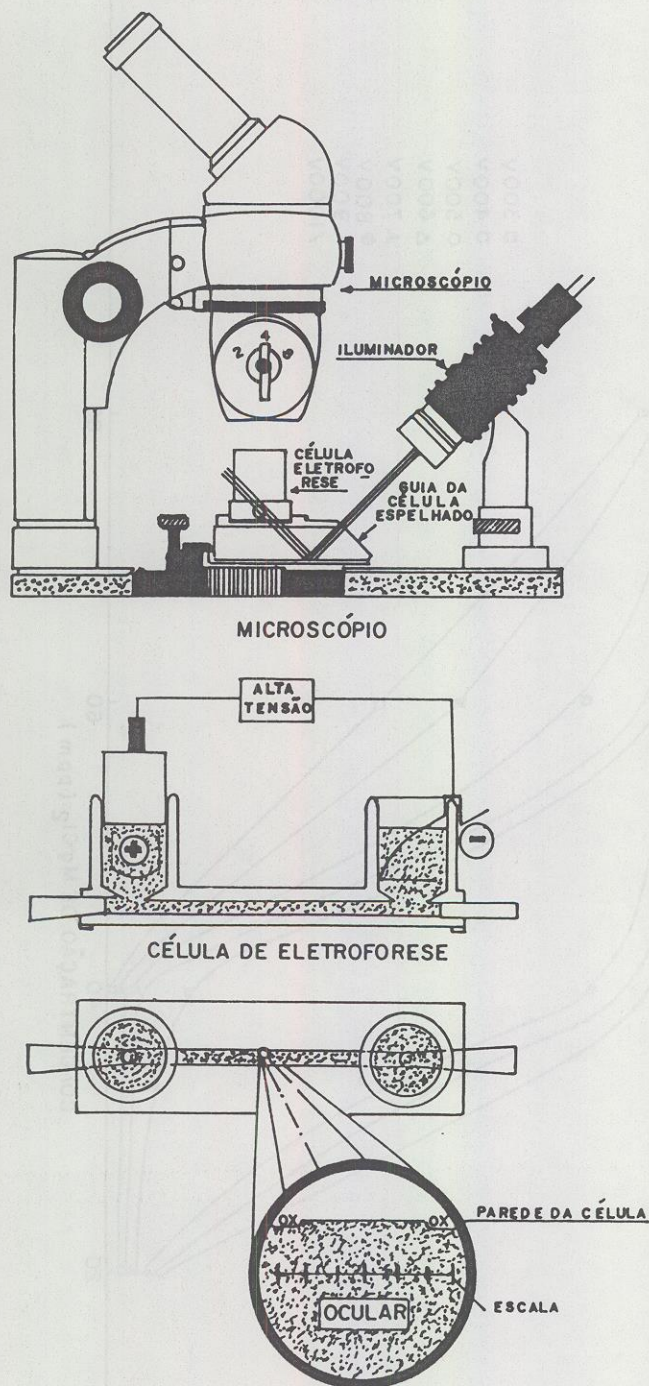


FIGURA 4. SISTEMA PARA MEDIDAS DO
POTENCIAL ZETA

Após a definição e otimização dos parâmetros do processo eletroforético, realizaram-se deposições de boro-10 em cilindros de alumínio que foram utilizados em protótipos de câmaras de ionização compensada e não compensada à radiação gama e em detectores proporcionais.

Esses detectores, projetados e construídos no IPEN-CNEN/SP, foram submetidos a testes de caracterização (medidas da radiação de fundo, curvas de saturação e resposta em função do fluxo de nêutrons, sensibilidade e eficiência) no reator IEA-R1 e os resultados mostraram que atendem as especificações técnicas para sua utilização no sistema de controle do reator.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

01. CANN, J.R. Electromigration and electrophoresis. In: KOLTHOFF, I.M. & ELVING, P.J., eds. Treatise on analytical chemistry. Part 1: Theory and practice. New York, Interscience, 1961. v. 2, p. 1159-233.
02. DEBOER, J. H.; HAMAKER, H. C.; VERWEY, E.J. W. Electrodeposition of a thin layer of powdered substances. Rec. Trav. Chim. Pays-Bas, 58:662-5, 1939.
03. GUTIERREZ, C.P.; MOSLEY, J.R.; WALLACE, T.C. Electrophoretic deposition: a versatile coating method, J. Electrochem. Soc., 109 (10): 923-7, 1962.
04. SHYNE, J.J.; BARR, H.N.; FLETCHER, W.D.; SCHEIBLE, H.G. Electrophoretic deposition of metallic and composite coatings. In: AES: 42. annual convention, Cleveland, Ohio, 1955. (Separata).