



CNEN/SP

ipen Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares

DESENVOLVIMENTO DO PROCESSO DE DEPOSIÇÃO ELETRO-
FORÉTICA DE BORO EM SUBSTRATOS DE ALUMÍNIO,
DESTINADOS À CONSTRUÇÃO DE DETECTORES
DE NÉUTRONS

Maria Helena de Oliveira SAMPA e Laércio Antonio VINHAS

IPEN-PUR-280

PUBLICAÇÃO IPEN 280

NOVEMBRO/1989

SÃO PAULO

**DESENVOLVIMENTO DO PROCESSO DE DEPOSIÇÃO ELETROFORÉTICA
DE BORO EM SUBSTRATOS DE ALUMÍNIO, DESTINADOS À
CONSTRUÇÃO DE DETECTORES DE NÉUTRONS**

Maria Helena de Oliveira SAMPA e Laércio Antonio VINHAS

DEPARTAMENTO DE APLICAÇÕES NA ENGENHARIA E NA INDÚSTRIA

**CNEN/SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
SÃO PAULO – BRASIL**

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

E41.00

B12.10

BORON

DEPOSITION

ELECTROPHORESIS

NEUTRON DETECTORS

IPEN - Doc - 3474

Aprovado para publicação em 25/09/89.

Nota: A redação, ortografia, conceitos e revisão final são de responsabilidade do(s) autor(es).

DESENVOLVIMENTO DO PROCESSO DE DEPOSIÇÃO ELETROFORÉTICA DE BORO EM SUBSTRATOS DE ALUMÍNIO, DESTINADOS À CONSTRUÇÃO DE DETECTORES DE NÊUTRONS

**Maria Helena de Oliveira SAMPA,
Laércio Antonio VINHAS**

**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR-SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Caixa Postal 11049 - Pinheiros
05499 - São Paulo - BRASIL**

RESUMO

Desenvolveu-se o processo de deposição de boro 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 ^{10}B em cilindros de alumínio utilizados como eletrodos em câmaras de ionização compensada e não compensada à radiação gama e em detectores proporcionais. Os protótipos das câmaras de ionização foram projetados, construídos e montados no Departamento de Aplicações na Engenharia e Indústria (TE) do IPEN e submetidos a testes de caracterização no reator IEA-R1 tendo atendido satisfatoriamente as especificações técnicas do projeto.

2/3/4

DEVELOPMENT OF THE PROCESS OF BORON ELECTROPHORESIS
DEPOSITION ON ALUMINUM SUBSTRATE TO BE USED IN THE
CONSTRUCTION OF NEUTRON DETECTORS

Maria Helena de Oliveira SAMPA
Laércio Antonio VINHAS

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR-SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Caixa Postal 11049 - Pinheiros
05499 - São Paulo - BRASIL

ABSTRACT

Process of boron electrophoresis deposition on large areas 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 ^{10}B on aluminum cylinders were performed and used as electrodes in gamma compensated and non-compensated ionization chambers and in proportional detectors. Prototypes of ionization chambers were designed, built and assembled at the Department for Engineering and Industry Application (TE) of the Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), and submitted for characterization tests at IEA-R1 reactor. They fully met the technical specifications of the project.

INTRODUÇÃO

A opção do país em adotar uma tecnologia nuclear autônoma, tornou necessário o desenvolvimento e a construção de diversos tipos de detectores de radiação, tendo como meta principal a substituição da importação.

Os detectores de radiação são empregados em todos os campos da energia nuclear; em particular, os detectores de nêutrons que são essenciais para a operação dos reatores nucleares.

Para a medida do fluxo de nêutrons térmicos são utilizadas, usualmente, as câmaras de ionização compensada e não compensada à radiação gama e os detectores proporcionais com depósito de boro.

Na construção desses detectores há necessidade de dominar-se a tecnologia de deposição de boro em substratos metálicos com grandes dimensões.

Essa tecnologia não é divulgada, existindo apenas um número reduzido de publicações onde são fornecidas algumas informações sobre deposições em placas ou cilindros metálicos com pequenas áreas superficiais.

Este trabalho foi motivado pela necessidade de se desenvolver um método de deposição de boro em substratos de alumínio, de grandes superfícies, de modo que pudessem ser utilizados na construção dos detectores de nêutrons mencionados.

Optou-se por desenvolver o processo de deposição pelo método da eletroforese, pois esta técnica, em princípio, possibilita a obtenção de depósitos com a qualidade necessária para atender às exigências da indústria nuclear.

METODOLOGIA

A deposição eletroforética é um processo no qual as partículas suspensas em um líquido migram sob a influência de um campo elétrico aplicado, e depositam-se em um eletrodo imerso na suspensão. A migração ocorre porque as partículas estão eletricamente carregadas, positiva ou negativamente, dependendo da composição do sistema. (2) (3).

O material sólido a ser depositado, metal ou não metal, tem que ser insolúvel no meio de dispersão e estar finamente dividido, com tamanho de partículas em torno de $0,1\mu\text{m}$ a $6\mu\text{m}$. (4) (5)

Na deposição eletroforética os meios de dispersões mais usados são os líquidos orgânicos, tais como álcoois e cetonas, pois evitam reações eletrolíticas que liberam gases nos eletrodos permitindo desse modo, uma deposição uniforme e aderente.

Os depósitos geralmente se formam nos cátodos, mas a polaridade de deposição vai depender do material disperso, do meio de dispersão e do eletrólito adicionado. (6)

O eletrólito ou ativador, é uma substância iônica que é adsorvida na interface líquido-sólido, com a finalidade de aumentar o potencial eletrocinético (potencial zeta) e também para estabilizar as suspensões reduzindo o efeito de coagulação. (1)

Quanto maior for o potencial zeta, maior será a velocidade das partículas sobre a influência de um campo elétrico e conseqüentemente maior será o rendimento de deposição.

PARTE EXPERIMENTAL

A parte experimental deste trabalho consistiu na definição e otimização dos parâmetros para a deposição de boro em cilindros de alumínio, pelo método de eletroforese, utilizando-se o boro elementar amorfo de composição isotópica natural.

Estudou-se sistematicamente a influência dos parâmetros básicos de deposição, tais como: o sistema de deposição, o tipo de material do ânodo, a qualidade da superfície do substrato de alumínio, a distribuição granulométrica do boro, o meio de dispersão, o tipo de eletrólito adicionado à suspensão, a velocidade de agitação, a temperatura da suspensão durante o processo de deposição e a distância entre os eletrodos.

Após o estabelecimento desses parâmetros otimizou-se o método verificando-se no rendimento de deposição a influência da variação da diferença de potencial entre os eletrodos, a variação do tempo de deposição, a variação da concentração do eletrólito adicionado e a sua contaminação na camada de boro, a concentração de boro na suspensão e os valores do potencial zeta.

Os valores do potencial zeta, ou potencial eletrocínético, foram obtidos utilizando-se o procedimento denominado microeletroforese, com o equipamento Zeta Meter System 3.0.

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

A preparação da superfície do substrato de alumínio é primeiramente realizada com um jateamento com areia com a finalidade de aumentar a superfície de contacto do metal e desse modo melhorar a aderência do depósito.

Em seguida, a superfície do substrato é submetida a um

processo de desengraxamento-decapagem com soluções de hidróxido de sódio (NaOH) e ácido nítrico (HNO_3), com a finalidade de dissolver todos os contaminantes e óxidos formados, e logo é colocada na suspensão de boro para a deposição por eletroforese.

A suspensão é preparada colocando-se o pó de boro em uma pequena quantidade de álcool isopropílico e a sua homogeneização é feita com ultra-som. Logo após, transfere-se a suspensão para o dispositivo de deposição no qual é adicionado álcool isopropílico em uma quantidade suficiente para recobrir a área do substrato de alumínio a ser revestida e, finalmente, adiciona-se o cloreto de magnésio que atuará como eletrólito.

O sistema de deposição utilizado neste trabalho foi projetado para atender as seguintes especificações: possuir um bom sistema de agitação para manter as partículas de boro em suspensão, ser quimicamente resistente aos produtos que formam a suspensão, apresentar uma boa condutividade térmica para garantir o resfriamento adequado da suspensão durante a eletrodeposição.

A figura 1 mostra esquematicamente o sistema de deposição de boro para superfícies externas e internas dos cilindros de alumínio. Este sistema pode funcionar como uma célula eletroforética (deposição externa) ou como um reservatório da suspensão de boro no caso de deposição interna do cilindro.

Os ânodos utilizados foram construídos também em alumínio, o qual é apropriado para aplicações nucleares, por sua baixa seção de choque de ativação para nêutrons térmicos.

Aplica-se uma diferença de potencial entre os eletrodos por um período de tempo pré-estabelecido e o substrato de alumínio atuando como cátodo é recoberto por uma camada de boro, pois as partículas foram carregadas positivamente com a adição do cloreto de magnésio.

Durante o processo de deposição a suspensão de boro em

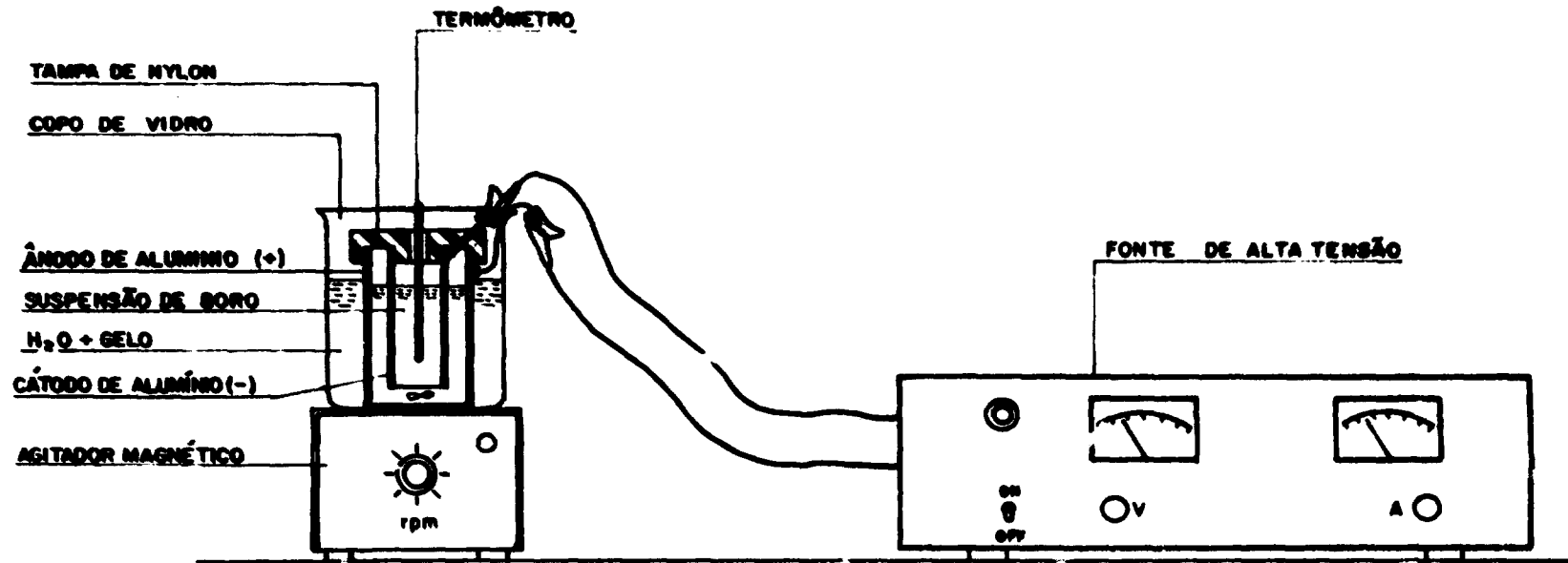


FIGURA 1. SISTEMA PARA A DEPOSIÇÃO DE BORO EM
 SUBSTRATOS DE ALUMÍNIO

álcool é mantida homogeneizada com um agitador magnético para evitar a sua sedimentação.

Após o processo de deposição, o cilindro é colocado em um dessecador à vácuo para evaporar o solvente, efetuando-se, em seguida, a determinação do rendimento de deposição pela variação de massa do cilindro.

No processo de deposição de boro por eletroforese, a aderência e a distribuição uniforme na superfície metálica são as principais características a serem obtidas.

Os testes de aderência foram executados simulando os possíveis tipos de esforços (impacto, vibração excessiva, exposição em atmosferas agressivas) que esses cilindros pudessem sofrer ao longo de sua utilização, sem que danificassem ou alterassem a qualidade da camada depositada, e a uniformidade da camada depositada foi verificada pela técnica de transmissão de nêutrons.

DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

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

Os métodos de desengraxamento e decapagem escolhidos permitiram a obtenção de uma superfície de alumínio limpa sem alterar suas características físicas requeridas em aplicações nucleares. Por outro lado, a decapagem não produziu alterações sensíveis nas dimensões dos cilindros que ficaram dentro das tolerâncias permitidas.

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

A figura 2 mostra 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.

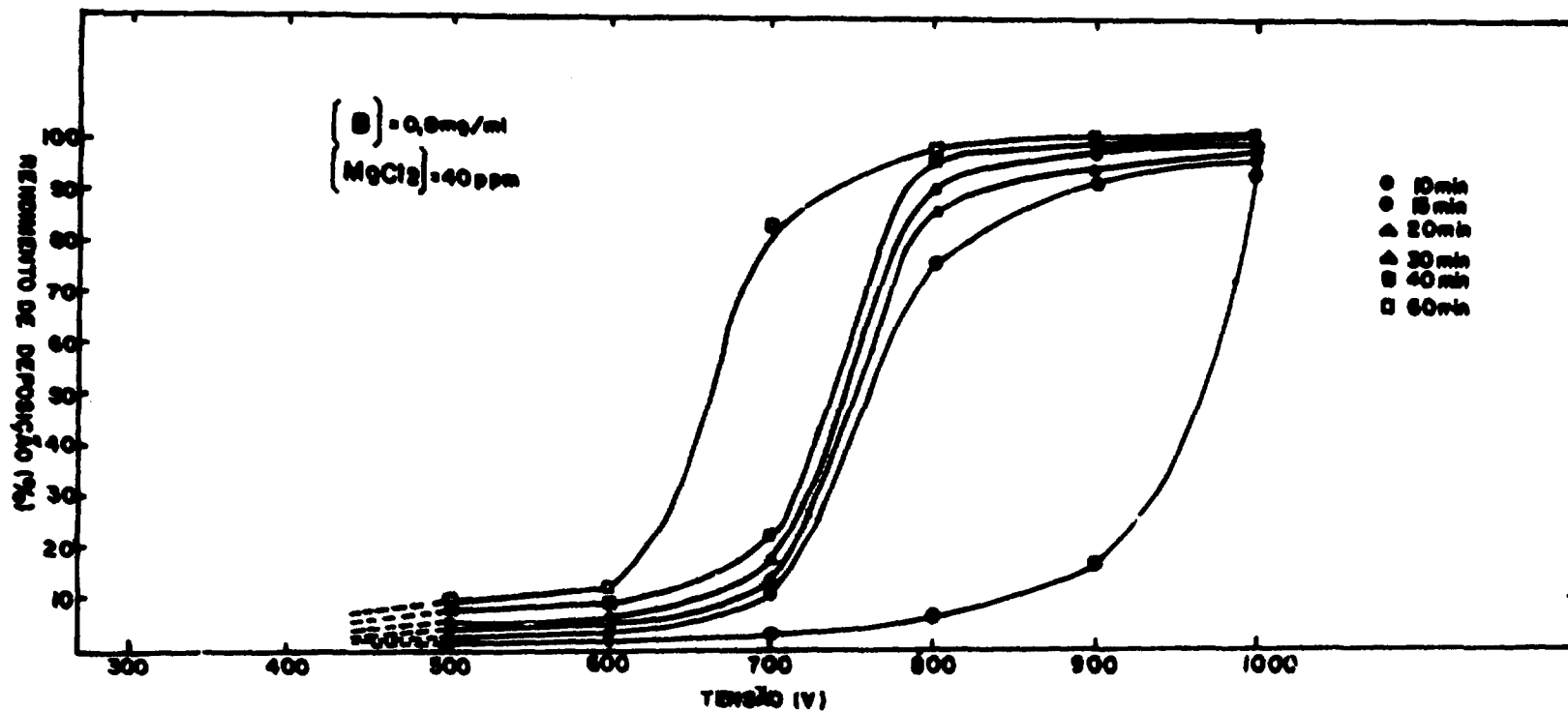


FIGURA 2. RENDIMENTO DE DEPOSIÇÃO EM FUNÇÃO DA
 DIFERENÇA DE POTENCIAL ENTRE OS ELETRODOS
 E DIFERENTES TEMPOS DE DEPOSIÇÃO

O rendimento de deposição aumenta com a concentração de eletrólito adicionado, independentemente do tempo de deposição e da diferença de potencial aplicada entre os eletrodos, como pode ser observado na figura 3.

As medidas do potencial zeta comprovaram que a concentração de cloreto de magnésio que fornece maior velocidade eletroforética às partículas de boro na suspensão de álcool isopropílico, conseqüentemente um maior rendimento de deposição, está acima de 60 ppm, sendo que a partir dessa concentração até 2000 ppm o valor do potencial zeta mantém constante.

Os testes de aderência e uniformidade da camada de boro depositada em cilindros de alumínio, mostraram resultados dentro das especificações do projeto.

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

Os protótipos das câmaras de ionização foram projetados, construídos e montados no TE e submetidos a diversos testes de caracterização, tais como: medidas da radiação de fundo, curvas de saturação e resposta em função do fluxo de nêutrons, sensibilidade e eficiência.

Os testes foram realizados no reator IEA-R1 e os resultados mostraram que as câmaras de ionização atenderam as especificações técnicas para sua utilização no sistema de controle do reator.

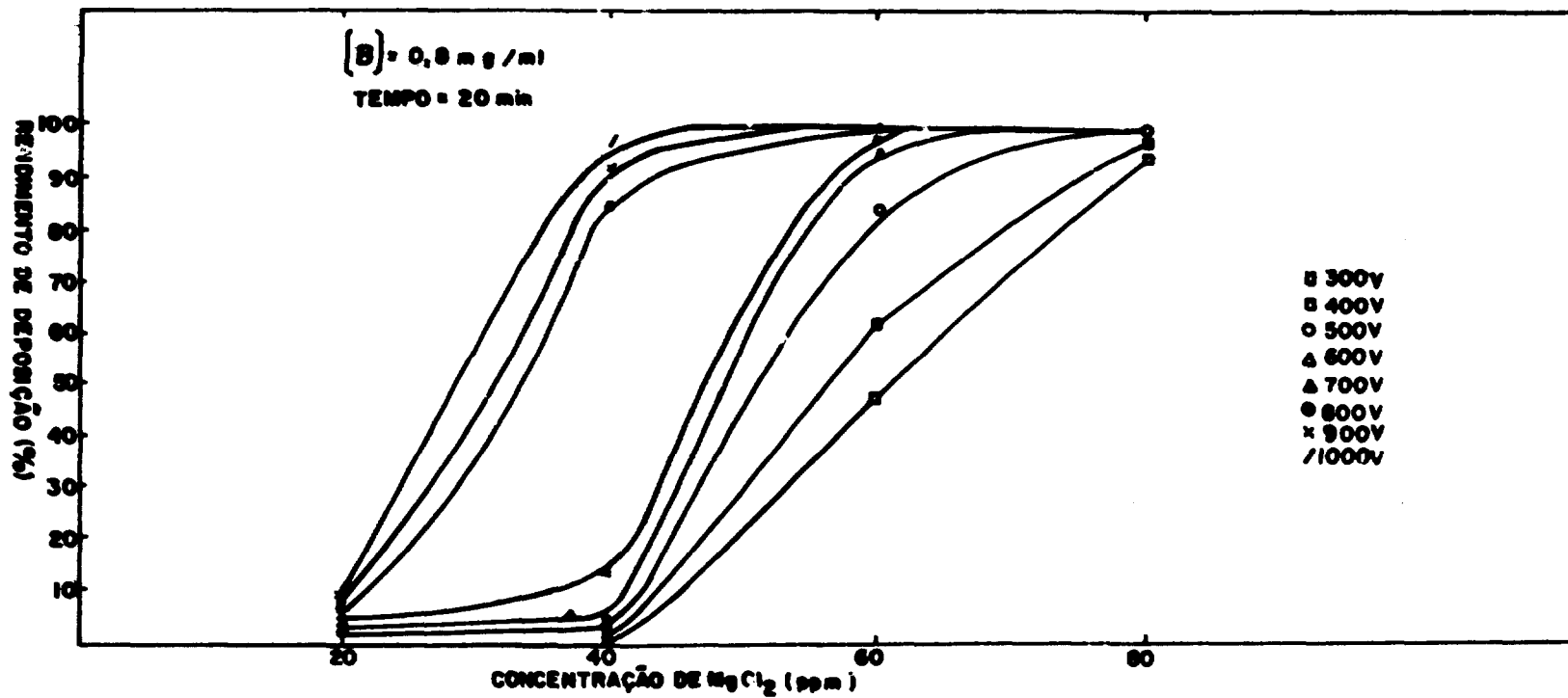


FIGURA 3. RENDIMENTO DE DEPOSIÇÃO EM FUNÇÃO DA
 CONCENTRAÇÃO DE CLORETO DE MAGNÉSIO

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. DUNBAR, J.C & MITCHELL, T.J. The electrodeposition of powdered inorganic materials from suspension in organic liquids. J. Sci. Food Agric., 4:190-6, 1953.
04. GUTIERREZ, C.P.; MOSLEY, J.R.; WALLACE, T.C. Electrodeposition: a versatile coating method, J. Electrochem. Soc., 109(10):923-7, 1962.
05. HAMAKER, H.C. The influence of particle size on the physical behaviour of colloidal systems. Trans. Faraday Soc., 36:186-92, 1940.
06. SHYNE, J.J.; BARI, H.N.; FLETCHER, W.D.; SCHEIBLE, H.G. Electrodeposition of metallic and composite coatings. In: AES: 42. annual convention, Cleveland, Ohio, 1955. (Separata).