

AValiação DO MÉTODo DE ANálISE SEM PADRÃO POR WDXRF E EDXRF EM Pó DE ALUMÍNIo UTILIZADO NO COMBUSTÍVEL NUCLEAR TIPO MTR

Marília Bighetti Nanes e Marcos Antonio Scapin
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

O combustível nuclear tipo MTR (Material Testing Reactor) é constituído por núcleos de ligas de urânio-alumínio, fabricado por laminação de um conjunto formado por núcleo, moldura e revestimento (1). No Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/SP) a sua produção sumariamente é realizada por meio da mistura dos pós de siliceto de urânio (U_3Si_2) com de alumínio metálico (Al) em proporções pré-determinadas (2). O controle de qualidade do U_3Si_2 , assim como, do pó de Al garante a sua eficiência. De acordo com o Centro do Combustível Nuclear (CCN-IPEN/SP), para o pó de alumínio devem ser verificados os teores de impurezas como B, Cd, Co, Cu, Fe, Si, Mn, Zn, Li e outros, Al_2O_3 , materiais voláteis, carbono, alumínio total, área de superfície específica e o tamanho médio de partícula.

A determinação de impurezas em amostras de pó de Al nesses últimos anos vem sendo realizadas por meio de técnicas analíticas convencionais (gravimétrica e volumétrica) e instrumentais (Espectrometria de Absorção Atômica (AAS), Espectrometria de Emissão com fonte de Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-AES) e outros). Os resultados obtidos por essas técnicas são consideravelmente satisfatórios, entretanto, os procedimentos utilizados para a preparação de amostras requerem tratamentos químicos prévios, como dissolução, digestão, calcinação e outros, além disso, as técnicas instrumentais necessitam de curvas de calibração para cada analito de interesse. Em decorrência desses aspectos, os ensaios tornam-se demorados e dispendiosos, além de

produzir quantidades significativas de resíduos que requerem tratamentos para o seu descarte.

Dentro deste contexto a espectrometria de fluorescência de raios X tem se destacado, visto que, permite análises químicas não destrutivas, com procedimentos de preparação de amostra que não requerem tratamentos químicos prévios (ensaio direto) e determinação multielementar [do boro (B) ao urânio (U)] em concentrações percentuais a miligrama por quilograma ($mg\ kg^{-1}$), sem o uso de curva de calibração individual seletiva, ou seja, utilizando-se a curva de sensibilidade instrumental, que é obtida por meio do método de parâmetros fundamentais (FP) (3, 4, 5, 6).

Neste trabalho foi proposta a avaliação do método FP, conhecido também por método de análise sem padrão, para a determinação de impurezas e alumínio total em amostras de pó alumínio, utilizando-se a técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF) e dispersão de energia (EDXRF). Os resultados foram comparados com o método de curva de calibração, utilizando-se materiais de referência certificados.

OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o método de análise sem padrão para os espectrômetros WDXRF e EDXRF, observando os requisitos legais da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 para atender o CCN-IPEN/SP na determinação de impurezas e alumínio total em amostras de pó de alumínio utilizado na fabricação do elemento combustível tipo MTR.

METODOLOGIA

Os espectrômetros utilizados foram WDXRF, modelo RIX 3000 da RIGAKU Co. e EDXRF, modelo 720 da Shimadzu. As curvas de sensibilidade instrumental foram obtidas por meio de materiais metálicos e compostos de alta pureza (99,99%) utilizando-se o *software* de parâmetros fundamentais acoplado aos espectrômetros. As curvas de calibração para os elementos Mg, Si, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Sn e Pb foram obtidas por meio de réplica de três medidas de seis materiais de referência certificados da MBH Analytical. A avaliação da metodologia foi realizada por meio de testes estatísticos aplicados aos resultados obtidos no material de referência certificado 511X GO5 H2 da MBH Analytical.

RESULTADOS

Os resultados, avaliados em termos de desvio padrão relativo percentual mostraram que a precisão dos espectrômetros WDXRF e EDXRF para os métodos de parâmetros fundamentais (FP) e da curva de calibração (CC), é concordante, visto que, para os elementos mencionados acima, os valores calculados foram menores que 5%. Com relação à exatidão, avaliada em termos de erro relativo percentual, os menores valores foram obtidos para o método CC-WDXRF, entretanto, quando avaliada por meio do teste Z-score, verificou-se que não há diferença entre os resultados obtidos por FP-WDXRF, CC-WDXRF, FP-EDXRF e CC-EDXRF, uma vez que, os valores calculados estão no intervalo $-2 < Z < 2$, com exceção ao Cr (CC-EDXRF), o qual valor foi 2,3.

CONCLUSÃO

Os resultados mostraram que a precisão e a exatidão do método de parâmetros fundamentais e da curva de calibração são concordantes, tanto para o WDXRF quanto para o EDXRF, demonstrando que a metodologia proposta pode ser aplicada para determinação de Al total e de impurezas em pó de alumínio

utilizado na fabricação de combustível nuclear tipo MTR por ambos os espectrômetros.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Durazzo, M., Corrosão de placas combustíveis tipo MTR contendo núcleos de cerments U₃O₃-Al. Dissertação (Mestrado), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 1985.
- [2] Saliba-Silva, A. M., Durazzo, M., Urano, E. F., Riella, H. G. Fabrication of U₃Si₂ powder for fuels used in IEA-R1 nuclear, research reactor. International Latin-American Conference on Powder Technology, p. 377-383, 2007.
- [3] BERTIN, E. P.; Principles and Practice of X-Ray Spectrometry Analysis; Plenum Press; Nova York, cap 01. 1970.
- [4] JENKINS, R. An Introduction to X-Ray Spectrometry, London, Heyden, 1974.
- [5] LACHANCE. G. R., CLAISSE, F., Quantitative X-ray fluorescence analysis- Theory and Application. Wiley, London, 1995.
- [6] SCAPIN, M. A. Aplicação de difração e fluorescência de raios X (WDXRF): ensaios em argilominerais. Dissertação (Mestrado), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2003.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq