

Zircônio – Caracterização da esponja de Zircônio metálico

Gabriel Lima de Oliveira e Emília Satoshi Miyamaru Seo
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

O Zircônio metálico é um dos materiais estruturais de grande importância na indústria nuclear. Ele é matriz da liga que compõe o elemento combustível (EC) nos reatores nucleares. Seu emprego justifica-se por sua resistência à corrosão elevada e baixa seção de choque de nêutrons térmicos (0,2 barn)[1-3]. O metal pode ser obtido pelo processo denominado KROLL no qual abrange as etapas de Purificação, destilação e Redução do $ZrCl_4$. No final do processo obtém-se o Zircônio metálico na forma de esponja. O objetivo deste relatório é caracterizar química e estruturalmente a esponja de Zircônio metálico. Com relação às propriedades químicas, identificar o grau de pureza e o teor dos elementos presentes no material por FRX (fluorescência de raios X) e CG (Cromatografia Gasosa). Já para os parâmetros estruturais, foram utilizadas técnicas de DRX (difração de raios X) e MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura), para identificar sua célula cristalina, a fase predominante e a porosidade, morfologia, tamanho dos grãos respectivamente.

OBJETIVO

Ao final da caracterização pretende-se ter o conhecimento das propriedades químicas e estruturais da esponja de Zircônio metálico, identificando o teor de impurezas e sua influência no comportamento do material, estrutura cristalina, a morfologia e a distribuição dos grãos na rede cristalográfica.

METODOLOGIA

As técnicas de identificação e análise estrutural foram: difração de raios X que tem o objetivo de identificar a estrutura cristalina e a fase predominante no material, e microscopia eletrônica de varredura (MEV)

para analisar sua morfologia, porosidade e tamanho dos grãos; As técnicas de Análise química foram realizadas por fluorescência de raios X visando estabelecer o teor e a quantidade de elementos presentes na esponja e cromatografia gasosa para identificar as espécies químicas gasosas contidas no material.

RESULTADOS

Elemento	ASTM B – 349 Grau de uso Nuclear (% massa)	Esponja de Zircônio metálico Analisada (% massa)
Alumínio	0,00750	<0,05000
Boro	0,00005	-
Cádmio	0,00005	-
Carbono	0,02700	0,0120 ± 0,0020
Cromo	0,02000	0,1700 ± 0,0500
Cobalto	0,00200	-
Cobre	0,00500	-
Háfnio	0,01000	2,0000 ± 0,3000
Hidrogênio	0,00250	0,0072 ± 0,0009
Ferro	0,15000	0,4000 ± 0,1000
Magnésio	0,00200	-
Manganês	0,00500	0,1100 ± 0,0500
Molibdênio	0,00500	-
Níquel	0,00700	<0,0050
Nitrogênio	0,00800	0,0041 ± 0,0010
Silício	0,01200	0,3000 ± 0,1000
Titânio	0,00500	-
Tungstênio	0,01000	-
Urânio	0,00035	-
oxigênio	-	0,0025 ± 0,0000
Enxofre	-	0,1000 ± 0,0500

TABELA 1: São mostrados os resultados das caracterizações química da esponja: fluorescência de raios X e cromatografia gasosa.

Os teores de impurezas no Zircônio metálico se mostraram, pela análise química, acima do especificado para seu emprego na indústria nuclear.

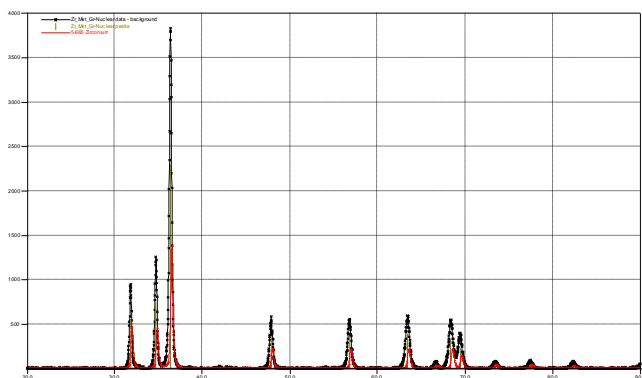


Figura 1: Caracterização estrutural por difração de raios X

Os picos de difração do Zircônio metálico caracterizado (curva preta) são compatíveis com os picos encontrados para o mesmo material na literatura (curva vermelha) indicando a fase α predominante estável a 862°C de célula cristalina Hexagonal Compacta.

As figuras 2, 3 e 4 mostram a caracterização por MEV.

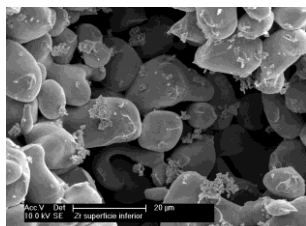


Figura 2: MEV da região inferior

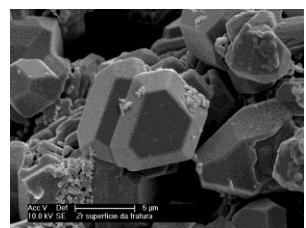


Figura 3: MEV da região da fratura

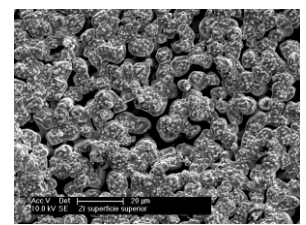


Figura 4: MEV da região superior

As micrografias foram obtidas a partir de 3 regiões distintas da esponja. Ambas

possuem tamanho de grão entre 5 a 20 μm arranjados em estrutura porosa característica da forma de esponja. Partículas menores (0,5 μm) são observadas nas micrografias da região inferior e da fratura da esponja, decorrentes do processo de preparação das amostras.

CONCLUSÕES

A Caracterização química da esponja de Zircônio metálico apresentou teores elevados de impurezas e é inadequada para uso em elementos estruturais de reatores nucleares segundo a norma ASTM – B349. Outras propriedades estruturais da esponja são compatíveis com dados encontrados na literatura, bem como: morfologia equiaxial dos grãos, célula cristalina **Hexagonal compacta**, predominando a **fase α estável a 862 °C** [4] e elevada porosidade.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Standard specification for Zirconium Sponge and Other Forms of Virgin Metal For Nuclear Application. **AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1998.**
- [2] CALLISTER, William. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução.** 8. ed. São Paulo: LTC, 2012.
- [3] Monzani, D., **Estudo experimental do processo de obtenção de Zircônio metálico por Magnesioterma**, Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Tecnologia Nuclear, 117, 1989.
- [4] DE LIMA, S. C. N.; SOARES, E. P.; ANDREOLI, M.; CHIBA, R.; SEO, E. S. M. **Caracterização da esponja de zircônio metálico.** 2012, 9p. Laboratório de Cloração e Redução – Prédio 7A, Centro de Ciências e Tecnologia de Materiais – CCTM, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo, 2012.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq, FINEP.