

CONSIDERACIONES SOBRE LA DETERMINACION
DE
HUMEDAD EN PASTILLAS DE UO_2

Lachman E. J. Olezza R. L.

DEPARTAMENTO DE COMBUSTIBLES NUCLEARES
División Prototipos

Informe Interno Nro. 31-4/77 CM

Autores: LACHMAN E.J., OLEZZA R.L.

Distribución: Departamento de Combustibles Nucleares
División Elaboración
División Prototipos (Grupo de comportamiento)
Archivo División Prototipos

Tema: Consideraciones sobre la determinación de humedad en pastillas de UO_2 para barras combustibles de los Elementos Prototipos Atucha Serie XA.

Resumen: Se determinó el contenido de humedad en pastillas de UO_2 a utilizarse en los elementos combustibles de la Serie de Demostración XA. El valor medio del contenido de agua resultó ser de 5,1 p.p.m., con una desviación standard de 3,4 p.p.m. Se recomienda una metodología de operación para el ensayo, con el fin de obtener resultados confiables y reproducibles. Se concluye planteando la necesidad de comparar este tipo de determinaciones con otras efectuadas sobre una barra combustible.

I	Introducción
II	Consideraciones Generales
III	Breve Descripción y Fundamento del Método de Ensayo
IV	Desarrollo del Ensayo
V	Selección de las Condiciones Óptimas de Operación
VI	Determinación del Error de Medición
VII	Resultados
VIII	Conclusiones y Recomendaciones

I Introducción

A los efectos de verificar, en los elementos combustibles de demostración X_A , el cumplimiento de las especificaciones para combustibles tipo Atucha, en lo concerniente al contenido de humedad del material combustible, se efectuaron determinaciones sobre pastillas muestreadas del total fabricado. Se consigna a quí, un resumen del desarrollo de los ensayos, los resultados y algunas conclusiones de carácter general.

II Consideraciones Generales

Las especificaciones RL 607 y RL 574 se refieren entre otros aspectos al contenido de humedad en la barra combustible y al método que deberá utilizarse en su determinación. La primera, en el ítem 4.5 "llenado de la columna combustible" establece que, en el envasado el combustible estará seco, siendo el contenido de humedad en la barra menor o igual a 10 p.p.m., referido al peso de combustible. La segunda en el punto 3.5 "Métodos de Ensayo", señala que la medición se efectuará con un dispositivo para determinar humedad en sólidos.

Consecuentemente, se usó un equipo para valorar agua en sólidos por vía coulombimétrica, a través de una celda electrolítica de P_2O_5 .

Las primeras corridas realizadas para calibrar el equipo, indicaron que los ensayos no eran de realización inmediata, sino que era necesario proceder a establecer las condiciones óptimas de operación, para lograr un adecuado nivel de exactitud y reproducibilidad en el análisis.

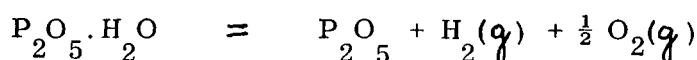
III Breve Descripción y Fundamento del Método de Ensayo

El equipo utilizado es el 26-321 A moisture analyzer de la Bell Howell.

La muestra contenida en una navecilla es colocada en un horno, pre seleccionándose la temperatura a la cual se va a desarrollar el ensayo.

Una corriente de gas seco y de alta pureza arrastra el agua liberada a una celda electrolítica, conteniendo P_2O_5 . El agua es absorbida por el P_2O_5 , efectuándose la electrólisis de la misma, siendo el consumo proporcional a la masa de agua extraída de la muestra.

Los procesos que ocurren en la celda pueden esquematizarse por las siguientes reacciones:



IV Desarrollo del Ensayo

Dado que el equipo permaneció fuera de uso un tiempo relativamente prolongado,

se procedió a verificar las principales partes mecánicas y electrónicas.

El paso siguiente consistió en realizar una calibración, mediante el uso de una sustancia que reuniese condiciones adecuadas. Tal es el caso del tartrato disódico dihidratado, calidad pro-análisis, que contiene $15,66 \pm 0,05\%$ de agua.

Las corridas efectuadas con el tartrato, mostraron que, teniendo en cuenta las condiciones de operación, que se detallan en el próximo punto, se reproducían los resultados, con una eficiencia en la medida del 50%.

La otra variable que se consideró fue el blanco, el cual fue determinado, simulando la operación de carga de la pastilla.

V Selección de las Condiciones Optimas de Operación

Se logró identificar una serie de factores que normalizan el ensayo, y que es importante tomar en cuenta:

- Flujo del gas portador constante, aproximadamente 10 cc/min, la eficiencia del equipo depende fuertemente de este factor.
- Tanto la circulación del gas, como el encendido de la parte electrónica deben mantenerse las veinticuatro horas.
- Asegurarse que la navecilla esté bien seca, dejándola permanentemente dentro del equipo.
- Hacer varios blancos a una temperatura de 150°C hasta que se llegue a un valor aproximadamente constante ($30\mu\text{g}$).
- Ajuste de cero, antes de cada medición, pues éste se corre con facilidad, a un valor de 7-7,5 seg cada 0,1 .
- Calibración con el tartrato disódico, éste debe pesarse a la centésima de miligramo.

Debe cuidarse que el tartrato no se humedezca superficialmente, en el caso de no disponer de una balanza al lado del analizador de humedad, debe hacerse un blanco simulando con la navecilla toda la operación de pesado, puesto que esta sustancia, que está en polvo no se puede transvasar, sin riesgo de perder parte de la masa.

Es conveniente calibrar al comenzar y al finalizar la serie de determinaciones del día.

VI Determinación del Error de Medición

La fórmula que da el valor de la cantidad de humedad contenida en los pellets en partes por millón h(p.p.m.) es:

$$h(\text{p.p.m.}) = \frac{(M.A. - F) \cdot 100}{P_p \times 10^{-6}}$$

$$\text{donde } E = \frac{10^4 M A_T}{15,66 P_T}$$

E= Eficiencia

M.A= Masa de agua contenida en la pastilla medida [mg]

M.A_T= Masa de agua en el Tartrato medido [mg]

F= Fondo [mg]

P_P= Masa de la pastilla antes del análisis [mg]

P_T= Masa de Tartrato [mg]

$$h \text{ (p.p.m)} = \frac{15,66 P_T (M.A-F)}{10^{-4} P_P M.A_T}$$

$$\Delta h \text{ (p.p.m)} = \frac{15,66}{10^{-4} P_P M.A_T} \left\{ (M.A-F) \left[\Delta P_T + P_T \left(\frac{\Delta P_P}{P_P} + \frac{\Delta M.A_T}{M.A_T} \right) \right] + P_T (\Delta M.A + \Delta F) \right\}$$

Dando los valores correspondientes se obtiene un error en la medición

$$\Delta h \text{ (p.p.m)} = \pm 0,5$$

VII Resultados

De las tres series de muestras que se han analizado hay dos pastillas que exceden el límite de 10 p.p.m, en valores de 0,4 p.p.m. y 0,7 p.p.m. respectivamente, teniendo en cuenta el error en la determinación. La desviación standard es $\sigma = 3,4$ p.p.m. y el valor medio $\bar{X} = 5,1$ p.p.m, se observa que el valor más alejado está a menos de 2σ del $\bar{X}$, considerando una distribución normal, el 97,7% de las pastillas tiene un contenido de humedad menor de $\bar{X} + 2\sigma$, y que en el intervalo $\bar{X} \pm \sigma$ caen 10 medidas, de las 13 efectuadas.

Se detallan las medidas efectuadas

Muestra	Pastilla	h p.p.m.
A-1/1-10/8/6/5	1	3,1
	2	3,4
AB-1/1-10-8-5	1	8,1
	2	9,9
	3	2,2
	4	11,2
	5	4,0
	6	4,8

Muestra	Pastilla	h p.p.m.
AB-2/1-10-8-5	1	muestra inutilizada
	2	10,9
	3	2,7
	4	1,9
	5	2,6
	6	1,9

VIII Conclusiones y Recomendaciones

La observancia de la metodología de ensayo descripta, permite asegurar resultados confiables.

La mayor parte de las muestras, arrojaron valores bastantes alejados de las 10 p.p.m. por pastilla.

Cabe señalar, la conveniencia de correlacionar estos ensayos con otros en donde se determine el contenido total de humedad en la barra combustible ya fabricada. De este modo se obtendría el valor de la cantidad real de H_2O presente en la barra, que obviamente es el que determina su comportamiento en operación.

Considérese que la especificación RL 607 se refiere al contenido de humedad total en la barra, es decir en el conjunto pastilla-vaina-gas de llenado, y no en el cerámico únicamente.

La diferencia entre el valor real de humedad al final de la fabricación de barra y el valor determinado sobre pastillas individuales puede atribuirse a diversos factores, almacenamiento de las pastillas, humedad ambiente en el momento del ensayo o en el de la carga, agua adsorbida en la vaina, deficiencias en el proceso de lavado, etc.

Por consiguiente lo adecuado es especificar respecto de la barra, y no sobre un componente de la misma, aunque posea la mayor probabilidad de contribuir en mayor proporción al aporte de la humedad total.

Dado que un ensayo sobre la barra es de caracter destructivo, se podrían diseñar una serie de corridas para confrontar valores sobre pastillas con determinaciones en barras fabricadas en diversas condiciones, a los efectos de poder chequear rutinariamente el contenido de humedad a través de pastillas únicamente.