

ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 3	AÑO 1981

04.81.08

199

CARACTERIZACION DE POLVOS PARA METALURGICA NUCLEAR

D. COLOMBO, D.O. CRAVERO y J.A. SERRICHO-C.N.E.A.-

1 - Equipamiento

Para la realización de los controles de calidad de los diversos productos / que integran el ciclo de purificación y conversión a UO<sub>2</sub> que se realizan en nuestro laboratorio, -instalado en el Complejo Fabril Córdoba- se procedió a realizar el equipamiento conveniente del mismo.-

La experiencia acumulada desde el comienzo de los ensayos (1974), ha determinado la adquisición y uso de equipos que otorguen mayor confiabilidad y rapidéz de respuesta.-

Es un hecho conocido que para definir los caracteres de sinterabilidad del / polvo de UO<sub>2</sub>, son necesarias ciertas determinaciones físicas, a saber:

- . Densidad aparente
- . Densidad real
- . Densidad tap
- . Fluidéz
- . Diámetro medio
- . Superficie específica
- . Microscopía

2 - Determinaciones de Densidad

Para las determinaciones de densidad real inicialmente se construyó un circuito de alto vacío con picnómetros de vidrio.-

El vacío servía para el desgasado de las muestras contenidas en los picnómetros y luego, por medio de Tetracloruro de Carbono, se efectuaba el impregnado de las muestras. El vacío garantizaba una penetración total del líquido en los poros y fisuras, hasta donde lo permitiera su volumen molar. Una vez realizada la impregnación se retiraba del rack y con hielo se estabilizaba la temperatura, enrasando y tapando, para evitar la evaporación. Posteriormente se realizaba la pesada cuando el picnómetro alcanzaba la temperatura ambiente.-

Es importante hacer notar que se podían realizar 3 determinaciones por turno de 8 horas.-

Aunque se instaló un equipo para 3 determinaciones simultáneas, el tiempo / requerido para los ensayos era prolongado y de atención constante.-

Con la incorporación del Pycnometer Beckman, en el que se realiza la determinación a temperatura ambiente, sin desgasado, se solucionaron inconvenientes de preparación de la muestra y mejoraron los tiempos de entrega de resultados, Este aparato reemplaza el líquido impregnante por un gas (aire ó helio) midiendo con precisión de centésima de cm<sup>3</sup> el volumen que ocupa el sólido dentro de la cámara de medición.-

///

Este equipo requiere una cuidadosa puesta a punto y estabilización de temperatura y, una vez logrado esto, el tiempo total de un ensayo oscila en los 30 minutos.-

Este laboratorio además posee los picnómetros clásicos, para determinaciones que no necesiten gran precisión y para líquidos.-

Para determinaciones de densidad aparente, inicialmente se adoptaron las // técnicas de MPIF para lograr valores similares a los de protocolos alemanes.

La llegada de las técnicas utilizadas por RBU (Alemania), hizo que se variara el recipiente receptor de la muestra, utilizándose ahora probeta de 10 cc. Esta es colocada debajo de un embudo de vidrio de 60° de abertura, con cierre para control de la caída libre del polvo.-

Para realizar el ensayo se levanta y hace girar en vaivén el pincel que actúa como cierre y se logra así una caída suave de polvo dentro de la probeta graduada. Una vez enrasada ésta, se pesa. El promedio obtenido en 3 determinaciones se informa como densidad aparente.-

Con esa misma probeta se pasa al aparato para determinación de densidad TAP.-  
Valores normales del UO2 RBU están en 2,00 g/cc.-

El ensayo para determinación de densidad TAP tiene como finalidad conocer / hasta qué valor llega la densidad de un polvo por compactación, luego de una serie de golpes o vibración. El número de golpes se ha estandarizado en 200, dado que a partir de ese número no se produce variación en la densidad.-

En ensayos que se realizaron para decidir al respecto, se comprobó que la / curva de densificación se hacía asintótica en las inmediaciones de los 200 / golpes. Las técnicas de RBU establecen precisamente ese valor.-

Valores normales UO2 RBU están en los 3,00 g/cc. El equipo usado es un // Engelsman.-

### 3 - Fluidéz

La calidad de un polvo para pastillado directo exige condiciones muy estrictas con respecto a su fluidez.-

La determinación de la velocidad de escurrimiento, o sea el paso de unidades de volumen o unidades de peso, por unidad de tiempo, a través de orificios / de diámetro prefijado, va a incidir en la velocidad de trabajo de las pastilladoras, como así también en el llenado de matrices.-

La determinación se realiza con un equipo compuesto por un instrumento de medición de tiempo, reloj de lectura digital, que es puesto en marcha por una

///

célula fotoeléctrica que detecta el comienzo del paso de las primeras partículas y lo detiene automáticamente cuando ha pasado todo el polvo. Se informa en gramos por segundo o cc x seg.-

Otra determinación que se ensayó para la fluidez es la que utiliza el ángulo fractura.-

En una caja transparente de 4 x 15 cm de base por 15 cm de altura, que es / llenada con la muestra, al abrirse la compuerta lateral, una parte del polvo fluye al exterior, mientras que el resto queda retenido formando un ángulo con la base de la caja que es inversamente proporcional a su fluidez.-

A mayor ángulo, menor fluidez y viceversa. Esta es una medición indirecta de la capacidad de escurrimiento de un polvo.-

El equipo que dispone nuestro laboratorio es el Erweka alemán.-

#### 4 - Distribución Granulométrica

Este laboratorio dispone de equipos para distribución granulométrica por / métodos clásicos (tamices) y sedimentación, para muestras de diámetros inferiores a 38  $\mu$ .-

Uno de los tamizadores tiene posibilidades de variación de frecuencia, amplitud y tiempo. Normalmente se lo utiliza para granulometría por vía húmeda, considerándose "vía húmeda" el tamizado por medio de líquido que en / circulación produce la separación de finos adheridos a los de mayor tamaño.-

La variación de la frecuencia y amplitud se logra por vía mecánica.-

Otro equipo para granulometría por vía seca es el Sonic Sifter, tiene un generador de ondas de baja frecuencia 50-60 ciclos/seg, que se transmite a un diafragma de látex; éste produce a su vez un desplazamiento intermitente de aire a través de la muestra que va atravesando los distintos tamices.-

La amplitud de las frecuencias puede ser regulada lo mismo que el tiempo de ensayo.-

Con los datos obtenidos por pesada de las distintas fracciones se construye una curva incremental de granulometría, que sirve para conocer rápidamente los porcentajes superiores o inferiores de un diámetro determinado.-

Para el caso que se quiera conocer los valores de distribución por tamaños en las fracciones inferiores a 38  $\mu$ , se dispone de balanzas de sedimentación que, utilizando la ecuación de Stokes, van graficando el incremento de peso en un platillo sumergido en un líquido, que tiene en suspensión al polvo que se desea medir -

Las operaciones previas para preparación de muestras implican desgasado por vacío, para quitar las burbujas de aire de las partículas, el desaglomerado por medio de ultrasonido y el cálculo de los tiempos de sedimentación, para el trazado de las tangentes que van a dar los puntos para la curva incremental.-

Con estas balanzas se llega hasta valores de 0,5  $\mu$ , siempre que las condiciones de sedimentación o densidad del polvo lo permitieran.-

Se está trabajando en la posibilidad de incorporar a la minicomputadora // Olivetti que poseemos, para la realización de los cálculos de distribución en base a los datos que aporta la curva.-

Las balanzas que disponemos son: Sartorius y Shimadzu.-

## 5 - Diámetro Medio

La información de diámetro medio de partícula puede entregarse en nuestro laboratorio basándose en distintos métodos.-

Se dispone de aparatos de medición por permeametría y también se puede realizar en base a datos de distribución de tamaño.-

Los aparatos de permeametría que disponemos son:

- a) Blaine
- b) Sub Sieve Sizer Fisher

- Blaine: es ampliamente usado en industria cementera y adaptado luego para uso en polvos de UO<sub>2</sub> en Francia; prácticamente cayó en desuso.-

- Sub Sieve Sizer Fisher: tiene plena vigencia en pulvimetalurgia y permite informar con relativa rapidéz sobre el diámetro medio de polvos a los que previamente hay que secar y determinar densidad real.-  
Su funcionamiento se basa en la medición de la presión del gas a la salida de un lecho poroso constituido por polvo compactado a una porosidad definida.-

La lectura es directa y da valores promedio de partícula en micrones, con un rango extendido desde 0,20  $\mu$  hasta 50  $\mu$ , obteniéndose una lectura con buena repetitividad.-

La utilización de este equipo permite verificar rápidamente si se cumplen las condiciones establecidas para la obtención de una distribución determinada. El aumento o disminución del diámetro promedio señalará una tendencia hacia el incremento o disminución de los diámetros de partícula.-

## 6 - Superficie Específica:

La determinación de Superficie específica es de primordial importancia para conocer las condiciones de sinterabilidad.-

En el laboratorio disponemos de un equipo Sorptometer Parkin Elmer, para este análisis.-

Por medio de un flujo continuo de una mezcla de gases He y N<sub>2</sub>, se adsorbe / físicamente a -195° una monocapa de N en toda la superficie externa de la / muestra que se colocó previamente en portamuestras de vidrio.-

Al retirar la fuente de frío se libera la monocapa de Nitrógeno, incorporándose al flujo de gases, que al pasar por el detector cromatográfico forma una gaussiana en el registrador acoplado al detector.-

El graficador posee además un integrador de áreas DISC que registra en forma de pulsos la superficie cubierta por la curva, para compararlo con las que genera la inyección de un volumen conocido de Nitrógeno.-

A partir de este año, los cálculos para conocer el área específica por el método de 1 punto, se realizan con un minocomputador Olivetti P 6040, que entrega el resultado en 1 minuto, incluyendo en este tiempo la lectura del minidisco que almacena el programa y posterior entrada de datos.-

## 7 - Microscopía

Nuestro laboratorio ha recibido este año un microscopio Leitz Dialux 20 EB trinocular, con equipo de fotografía y revolver de 5 objetivos.-

En las curvas granulométrica siempre incluimos el informe de microscopía, para complementar el conocimiento del tipo de cristales que integran la muestra, como así también los detalles más destacables que permitan una mejor caracterización de los polvos estudiados.-

Se trabaja actualmente en la puesta a punto del sistema de micrografías, que ampliará aún más la información entregada.-

Nuestro equipamiento incluye también 2 lupas binoculares estereoscópicas Zeiss y PZO, ésta última con oculares y objetivos de distintos aumentos.-

## 8 - Condiciones Ambientales

Los aerosoles producidos durante el manipuleo de las muestras motivaron la incorporación al laboratorio de un sistema de captación de polvos, que permitiera trabajar en condiciones aceptables de seguridad, por tratarse de un producto de gran toxicidad química.-

En primer lugar se agruparon los equipos de acuerdo con sus características operativas y se distribuyeron en dos cabinas despresurizadas divididas en cinco sectores (balanzas, equipos vibratorios, , etc.).-

Dichas cabinas se realizaron con aluminio anodizado; los cerramientos son de vidrio. Los accesos, del mismo material, son de desplazamiento vertical y al abrir una compuerta se ilumina ese sector y pone en marcha todo el sistema de extracción de aire y captación de polvos.-

El sistema está dotado de un contador electrónico binario de ventanas abiertas, que hace actuar una alarma cuando hay más de 2 cabinas en uso.-

Dentro de las cabinas se encuentran las mesadas de granito pulido, montadas sobre tacos antivibratorios e independientes de la estructura.-

En dos de los sectores se decidió la instalación de un sistema de barrido con nitrógeno para aquellos casos que requieran trabajos en atmósfera controlada.-