

TRN: AR 9500012

INIS-AR--100

DETERMINACION DEL CONTENIDO DE OXIDO DE GADOLINIO EN  
UO2 POR FLUORESCENCIA POR RAYOS X

C. Vázquez; M. Warnes; M.H. Hernández

Comisión Nacional de Energía Atómica  
Gerencia de Area Investigación y Desarrollo  
Gerencia de Investigaciones

Trabajo a ser presentado en la 21. Reunión Científica  
de la Asociación Argentina de Tecnología Nuclear (AATN)

Mar del Plata, Buenos Aires  
República Argentina

8-12 Noviembre de 1993

DETERMINACION DEL CONTENIDO DE OXIDO DE GADOLINIO EN  $UO_2$   
POR FLUORESCENCIA POR RAYOS X.

C. Vázquez, M. Warnes y M. Hernández.

División Espectroscopía Atómica. Departamento Química Analítica. Gerencia Investigaciones. Gerencia de Area Investigación y Desarrollo.

Comisión Nacional de Energía Atómica

El reactor CAREM, consistente en una central nuclear de pequeña potencia ( 27 megawatt eléctricos ) es un reactor de agua liviana que emplea uranio enriquecido al 3,4 % como elemento combustible. El óxido de gadolinio (  $Gd_2O_3$  ) se incorpora al óxido de uranio ( $UO_2$ ).

Su función principal es actuar como veneno quemable ya que es un absorbedor de neutrones y disminuye la reactividad del núcleo. Las concentraciones de  $Gd_2O_3$  incorporadas al  $UO_2$  puede cubrir una amplia gama que abarca desde el 4% al 12% .

Teniendo en cuenta que el dopado con Gd de las pastillas de uranio modifica algunas de las propiedades de éstas,

es ventajoso disponer de una técnica analítica que permita conocer de manera rápida y precisa la concentración del  $Gd_2O_3$  en las pastillas de  $UO_2$ .

La fluorescencia por rayos X dispersiva en longitud de onda reúne los requisitos anteriores detallándose en el presente trabajo el método de análisis desarrollado para tal fin.

Para la cuantificación del contenido de  $Gd_2O_3$  se prepararon estándares sintéticos pesando cantidades iguales de  $UO_2$  a los cuales se agregó cantidades crecientes de  $Gd_2O_3$  de manera tal de cubrir un ámbito de concentraciones entre el 2% al 12% de  $Gd_2O_3$  en la matriz de  $UO_2$ . Como el  $Gd_2O_3$  es higroscópico se calcinó, previo a su pesada, durante 2 hs. a 700 °C en horno mufla para asegurar su estequiometría. A cada estándar sintético se agregó celulosa microcristalina con el objeto de actuar como ligante entre los óxidos y la mezcla fue homogeneizada por agitación en un molino mezclador durante 15 minutos. Todas las operaciones anteriores fueron realizadas en el mismo recipiente. Finalmente se procede al compactado aplicando una presión de 4 toneladas  $cm^{-2}$  usando una prensa con una matriz de acero de 2,5 cm de diámetro, obteniéndose pastillas de 4 mm de espesor.

Para las mediciones se empleó un espectrómetro de rayos X Philips PW 1540, dispersivo en longitud de onda, de 3 kW de potencia, equipado con un tubo de rayos X con anticátodo de W operado a 50 kV y 25 mA. Se empleó un detector de centelleo y un cristal analizador de  $LiF(200)$ .

En las condiciones de excitación empleadas no es posible medir la línea  $K\alpha$  del Gd, pues ésta requiere una energía de 51 keV. Por esta razón se mide la emisión fluorescente Gd

L $\alpha$ . Si bien esta línea es menos intensa que la K $\alpha$ , no resulta desventajoso teniendo en cuenta los altos porcentajes de Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> presentes en los especímenes. Además no hay interferencia espectral con las líneas fluorescentes del U ni del anticátodo del tubo de W.

Las mediciones se realizaron en vacío descontando el fondo espectral a ambos lados del pico. Se comprobó la homogeneidad de las pastillas midiendo ambas caras de éstas. La curva analítica de calibración [ int. Gd (cuentas seg<sup>-1</sup>) vs conc. Gd (%) ] obtenida por medición de los estándares sintéticos muestra linealidad en el ámbito de concentraciones estudiado.

La desviación estándar relativa porcentual promedio para la determinación del Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> es del 3 % .