



TR000038

UO₂ PELET ÜRETİM PROSESİ KALİTE GÜVENCESİ HESAPLARI

S. CAN, S. ACARKAN, L. GÜRELİ, F. CAN, N. BEKDEMİR
Çekmece Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi, İSTANBUL

ÖZET

ÇNAEM Nükleer Yakıt Teknolojisi Bölümü'nde yürütülmekte olan sinterlenmiş UO₂ peleti üretimiyle ilgili ISO-9000 serisi standartlarına uygun Kalite Güvencesi dokümanlarının hazırlanması çalışmaları çerçevesinde, proses kalifikasyonu planı hazırlanmıştır. Bu planın amacı, pelet üretim proses yeteneğini kantitatif ve istatistik temelde tayin etmek, ürün özelliklerinin önceden belirlenen güvenilirlik seviyelerinde spesifikasyonlara uygunluğunu denetlemek, ilgili dokümanları hazırlamak ve sonuçları değerlendirmektir. Göz önüne alınan başlıca özellikler kimyasal bileşim, çatlaklar, yoğunluk, mikroyapı ve tane büyüklüğüdür. Kalite Güvencesi kalifikasyonu için kullanılan istatistiksel parametreler hesaplanmıştır. Sinterlenmiş peletlere ait istatistik değerler:

	UZUNLUK	AĞIRLIK	ÇAP	YOĞUNLUK	%TD
ORT	13,395	16,808	12,293	10,679	97,400
STD	0,1651	0,252	0,0212	0,015	0,140

Sonuç olarak Nükleer Yakıt Teknolojisi Bölümünde üretilen sinterlenmiş UO₂ peletlerinin, %95 güvenilirlik seviyesinde, tesbit edilen kriterleri karşıladığı görülmüştür. Bu bildiride spesifikasyon, kriter ve hesap detayları anlatılacaktır.

ABSTRACT

A process qualification plan is prepared for preparation of quality assurance documentation in accordance with ISO-9000 series of standards, for sintered UO₂ pellets manufactured in the Nuclear Fuel Technology Department. The objectives of of this plan are to determine quantitatively and statistically process capability of the pellet production, to check product properties (are) in conformance with specifications at the pre- () confidence levels, to prepare necessary documents and to asses tehresults. The product properties taking into account are are chemicak composition, cracks, density, microstructure and grain size. The statistical parameters used for qualification element of quality assurance are calculated. Statistical values for sintered pellets are:

	LENGTH	WEIGHT	DIAMETER	DENSITY	%TD
MEAN	13,395	16,808	12,293	10,679	97,400
STD	0,1651	0,252	0,0212	0,015	0,140

It was seen that sintered pellets manufactured in the Nuclear Fuel technology Department meet the criteria within 95% confidence level.

In this paper specifications, criteria and calculations will be explained in detail.

GİRİŞ

Bu bildirinin amacı nükleer yakıt peletleri üretim prosesinin durumunu Kalite Güvencesi sistem elemanları ışığında izah etmek ve hesaplama yöntemleri ve spesifikasyonları tanıtmaktır.

Burada bahse konu sistem elemanları:

- Nükleer Yakıt malzemeleri (UO₂ peleti),
- Üretim prosesleri (presleme ve sinterleme),
- kalite güvencesi programı,
- üretim ve proses kontrol,
- kalite kontrol testleri,
- dokümanlar (prosedürler, kalifikasyon planı, muayene ve test planı)
- istatistik yöntemlerin kullanımı

ÇNAEM Nükleer Yakıt Teknolojisi Bölümü'nde yürütülmekte olan sinterlenmiş UO₂ peleti üretimine ilgili ISO-9000 serisi standartlarına uygun Kalite Güvencesi dokümanlarının hazırlanması çalışmaları çerçevesinde, proses kalifikasyonu planı hazırlanmıştır. Bu planın amacı, pelet üretim proses yeteneğini kantitatif ve istatistik temelde tayin etmek, ürün özelliklerinin önceden belirlenen güvenilirlik sınırları içinde spesifikasyonlara uygunluğunu denetlemek; ilgili dokümanları hazırlamak ve sonuçları değerlendirmektir.

Göz önüne alınan ürün özelliklerinden en önemlileri kimyasal bileşim, çatlaklar, yoğunluk, mikroyapı ve tane büyüklüğüdür. Kalite Güvencesi kalifikasyon hesaplarında kullanılan istatistiksel parametreler ise parti ve numune büyüklükleri, güvenilirlik sınırı, sınırlar içindeki parti fraksiyonu, tolerans sınırları ve kalifikasyon kriter ve sınırlarıdır.

UO₂ PELET KALİTE GÜVENCESİ

Spesifikasyon parametreleri Tablo-1'de verilmiştir. Bazı gerekçeler kısaca burada açıklanacaktır: Kimyasal bileşim içinde göz önüne alınan özelliklerin bir kısmının gerekçeleri şöyle açıklanabilir: Yüksek fisil madde konsantrasyonu sağlayabilmek için uranyum içeriği olabildiğince yüksek olmalıdır. Reaktörde nötron kaybını en az seviyede tutabilmek için eşdeğer bor miktarı en azda tutulmalıdır. Halojenler zarfı korrozondan korumak için istenmez. Su buharı yani nem, zarfın oksitlenmesiyle ısı iletkenliğinin düşmesine ve mukavemetinin azalmasına, zarfta zirkonyum hidrür oluşumuyla zarfın kırılma oluşmasına sebep olur. Çok yüksek yoğunluk, pelet yapısı içinde fisyon ürünlerinin yerleşim yerleri olan porozitenin azalmasına dolayısıyla reaktörde yakıtta istenmeyen şişmelerin oluşmasına yol açar. Düşük yoğunluk, reaktör içindeki yüksek sıcaklıklarda peletlerin yeniden sinterlenmesine ve büzülmesine, dolayısıyla zarf pelet arasında üniform olmayan lokal boşlukların oluşmasına sebep olur. O/U oranının artması, yani stokiometriden sapma, ısı iletkenliğinin azalmasına, fisyon ürünlerini yerleşim yerlerinin azalmasına, oksijen potansiyeli fazlalığından dolayı zarfın iç yüzeyinde korrozyon ihtimalinin artmasına sebep olur.

PROSES KALİFİKASYON PLANI

1. AMAÇ VE KAPSAM

Bu Kalifikasyon Planı Nükleer Yakıt Teknolojisi Bölümünde UO₂ peleti üretim prosesini kapsar. Amaçları:

- kantitatif ve istatistik bazda pelet üretimi proses yeteneğini tayin etmek ve

- ürün özelliklerinin önceden belirlenen güvenilirlik seviyesinde spesifikasyon şartlarını karşılayıp karşılamadığını göstermektedir.

Kalifikasyonun amacına şunlar da dahildir:

- dokümanları, malzemeleri, cihazları, aletleri ve personeli hazır etmek;
- belirlenen proses şartlarında bir lot üretim yapmak ve proses parametrelerini

kaydetmek:

- ürün muayene ve testini yapmak ve
- sonuçları değerlendirmektir.

2. REFERANS DOKÜMANLAR

- 2.1 Yakıt peleti teknik spesifikasyonları
- 2.2 Yakıt peleti tasarım çizimleri
- 2.3 Pelet ürün spesifikasyonları
- 2.4 J. M. Juran, ve ark., "Quality Control Handbook", (3. basım),
- 2.5 UO₂ tozu teknik spesifikasyonları
- 2.6 Çinko stearat, azot satınalma spesifikasyonları
- 2.7 Hidrojen gazı teknik spesifikasyonları
- 2.8 *Kalite Muayene Talimatnameleri*
 - Yakıt peletleri (ham ve sinterlenmiş)
- 2.9 *İşletme Prosedürleri*
 - 2.9.1 UO₂ toz hazırlama
 - 2.9.2 Homojenizasyon
 - 2.9.3 Pelet Presleme
 - 2.9.4 H₂ Üretimi
 - 2.9.5 Sinterleme Prosedürü
- 2.10 Her bir alet ve cihaz için kurma (montaj) talimatnameleri
- 2.11 Her bir enstrüman için Kalibrasyon talimatnameleri

3. ÜRÜN ŞARTNAMESLERİ

3.1 Pelet Özellikleri ve Belirlenen Limitler

- | | |
|----------------------|----------------------------------|
| - Kimyasal bileşim : | O/U, izotopik oran, safsızlıklar |
| - Yüzey hataları: | çatlak, çapak ve laminasyon |
| - Yoğunluk : | en az, en fazla |
| - Mikroyapı: | tane büyüklüğü |
| - Çap | |

Sınırlayıcı değerler Tablo-1'dedir.

3.2. Limitlerle Uyum Seviyesi

Gerekli uyum seviyeleri de Tablo-1'de verilmiştir.

4. BAŞLANGIÇ MALZEMELERİ

UO₂ tozu, çinko stearat, N₂ gazı, H₂ gazı (bak 2. Kısım).

5. ÜRETİM OPERASYONLARI

- Presleme için UO_2 tozu hazırlama
- Bağlayıcı karıştırma ve homojenizasyon
- Pelet presleme
- Sinterleme

5.1. Üretim Teknolojisi, Cihazlar, Aletler ve Enstrümanlar

Çift etkili pres: Pres makinası tipi

Kalıp ve pauç tipi

Homojenizer tipi

Sinterleme: Sinterleme fırını tipi

Tepsi tipi

Hidrojen jeneratörü tipi

Proses parametrelerini kontrol etmek için enstrümanlar:

Terazi, basınç ölçer, termokapl, debimetre, oksijen potansiyometresi, dijital mikrometreler, vb.

5.2. Personel

- Operatörler: *çalışma şartları ve sorumlulukları belirtilmiş*

5.3. Üretim Prosedürü

- Cihazlar kurulur (kurma talimatnameleri)
- Ölçüm enstrümanları kalibre edilir (Kalibrasyon Talimatnameleri)
- UO_2 tozu hazırlanır (prosedürler)
- Çinko stearat katılır ve homojenize edilir (prosedürler)
- Kalıp aparatı prese takılır (kurma talimatnamesi)
- Pelet preslenir (prosedür)
- Hidrojen üretilir (prosedür)
- Sinter fırını ısıtılır (prosedür)
- Peletler tepsilere dizilir (prosedür)
- Sinterleme prosesi gerçekleştirilir (prosedür, çalışma kampanyası)
- Peletler fırından çıkarılır (prosedür)

Proses parametreleri izlenir, "Proses Parametre Kayıtları"na kaydedilir (Tablo-2).

6. ÜRÜNÜN MUAYENE VE TESTİ

Aşağıda peletlerde ölçülen parametreler ve kullanılan alet veya yöntem verilmiştir:

<i>Parametre</i>	<i>Alet veya Yöntem</i>
çap	dijital mikrometre
yoğunluk	sıvıya daldırma
yüzey kusurları	gözle muayene
çatlaklar	gözle muayene ve %100 ultrasonik test
safsızlıklar	kimyasal analiz (AAS ve ICP)
O/U oranı	termogravimetri
mikroyapı	seramografi, görüntü analizi
kum saati	düz ağız mikrometre

1995 Haziran kampanyasında üretilen peletlere ait ölçümlerin istatistik sonuçları aşağıdadır (değerler mm, g, g/cm³):

HAM PELETLER

	UZUNLUK	AĞIRLIK	ÇAP	YOĞUNLUK	% TD
ORT	16,529	17,177	15,125	5,784	52,770
STD	0,2055	0,2046	0,002	0,023	0,208

SİNERLENMİŞ PELETLER

ORT	13,395	16,808	12,293	10,679	97,400
STD	0,1651	0,252	0,0212	0,015	0,140

Ham peletlerin sıralı yoğunlukları Şekil-1'de, sinterlenmiş peletlerin çap dağılımları Şekil-2'de, ağırlık dağılımları Şekil-3'de, yoğunluk dağılımları Şekil-4'de ve sıralı yoğunlukları Şekil-5'de verilmiştir.

7. KALİFİKASYON KRİTERLERİ VE LİMİTLERİ

Lot büyüklüğü N

Numune büyüklüğü n

Proses kalifikasyon için kullanılacak pelet karakteristiği:

- *sinterlenmiş pelet yoğunluğu seçilmiştir.*

Güvenilirlik sınırı, γ

Limit içinde kalması gereken lot fraksiyonu, p

Kabul edilebilirlik faktörü k

Kalifikasyon kriterleri ve limitleri Tablo-1'de verilmiştir.

8. KALİFİKASYON RAPORU

Bir kalifikasyon raporu yazılır. İçeriği:

- Amaç ve kapsamın belirtilmesi
- Kalifikasyon şartlarının özetlenmesi
- Proses parametrelerinin kaydedilen değerlerinin tabloları
- Ürün muayene ve test verilerinin tabloları
- Proses yeteneği değerlendirmeleri

- Şu değerler hesaplanır

(ve hesaplanmıştır):

$$\text{Tolerans limiti } K_Q = |X - X_L| / s = |10.676 - 10.75| / 0.015 = 4.93$$

$$\text{Proses yeteneği} = 6\sigma = 0.09 \text{ Grafik analiz (Şekil-5)}$$

$$\text{Yetenek oranı} = |USL - LSL| / 6\sigma = |10.55 - 10.45| / 0.09 = 3.33$$

$$\text{Performans indisi } C_{pk} = \min \{ (X - LSL) / 3\sigma, (USL - X) / 3\sigma \} = \min \{ 5.09, 1.58 \} = 1.58$$

- Bütün kalifikasyon limitlerinin karşılanıp karşılanmadığının belirtilmesi
- Proses kontrolü için gerek görülüyorsa tavsiyeler

Burada, özellikle 2. kısımda atıf yapılan dokümanlar (spesifikasyon, prosedür, talimatname, vb) ile bu "Kalifikasyon Planı" dokümanının detayı Nükleer Yakıt Teknolojisi Bölümü'nün ISO-9001 ve ISO-9002 standartlarına göre Kalite Güvencesi dokümanları hazırlama çalışmaları kapsamında hazırlanmaya başlanmış, taslakları büyük oranda tamamlanmış olup topluca tetkik aşamasındadır.

SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

k faktörü: (Juran, Ek II, Tablo V) Tek taraflı analize göre %99 güvenilirlik seviyesinde numune sayısı $n=50$ (aynı zamanda $n=\infty$) limit içinde kalması gereken lot fraksiyonu $p=\%99.9$ için tolerans limiti $k=4.096$ verilmiştir.

Hesaplanan $K_Q=4.93$, %99 güvenilirlik seviyesi ile %99.9 limit içinde kalma ihtimali-yetinden daha büyük çıktığına göre pratik olarak numunelerin (peletlerin) tamamı limit içindedir.

Proses Yeteneği: Şekil-5'den görüleceği gibi bütün yoğunluklar 6σ ($=\pm 3\sigma$) içindedir. Bu da proses yeteneğinin istatistiksel kontrol altında olduğunu, yani bir yönelim ve ani değişim olmadığını gösterir.

Yetenek Oranı: Kusur ihtimaliyeti oranı yetenek oranı ile ters yönde ilişkilidir. Yetenek oranı ≈ 1.63 için kusur ihtimali milyonda bir (1 ppm) kabul edilir. Bizim proses yetenek oranı daha yüksek olduğuna göre bu ihtimaliyet milyonda birden azdır.

Performans İndisi: Bu değer proses ortalamasının merkezden alt limite doğru kaydığını göstermektedir.

Kabul edilebilir bir proses, standart sapmanın düşük olmasını ve/veya ortalamanın merkeze yakın olmasını gerektirir. İncelenen proseste standart sapma çok düşüktür (%0.14), diğer göstergeler yanında bu ölçüt de kabul edilebilir ve kontrol altında olan bir pelet üretim prosesi olduğunu göstermektedir.

Sonuç olarak Nükleer Yakıt Teknolojisi Bölümünde 1995 yılında üretilen sinterlenmiş UO_2 peletlerinin, %95 güvenilirlik sınırı içinde, doğal uranyumlu yakıt peletleri için tesbit edilen standartların ortaya koyduğu spesifikasyonları karşıladığı görülmüştür.

TEŞEKKÜR

Peletlerde %100 oranında ultrasonik çatlak testi Dr. Şinasi EKİNCİ tarafından yapılmıştır, kendisine teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] JURAN, J. M., "Quality Control Handbook", 3rd ed., 1979.
- [2] SEJNOHA, R., "QA in CANDU Fuel Design, Development and Manufacturing", IAEA Interregional Course, Paris, 1992.
- [3] AECL, "Workshop on Quality assurance in CANDU Fuel Design and Procurement", 19-20 Sept. 1994, AECL, Toronto

Tablo-1. Kalifikasyon Kriterleri ve Limitleri

Karakteristik

- Çap
- Yoğunluk
- Yüzey Pürüzlülüğü
- Safsızlıklar
- Yüzey kusurları
- Çatlaklar

Uyum seviyesi (yoğunluk için değerler)

Spesifikasyon Limitleri

USL=10.75, LSL=10.45 Mg/m³

En az uyum seviyesi

Spesifikasyon içinde kalacak en az lot fraksiyonu

p=0.95

Güvenilirlik seviyesi

γ=0.95

Ürün

Sinterlenmiş pelet

Kalifikasyon Lot büyüklüğü

330 pelet

Numune büyüklüğü

330 pelet

Kalifikasyon limiti

k_{σ}

Proses yeteneği

Yetenek oranı

C_{pk}

Tablo-2. PROSES PARAMETRELERİ KAYDI

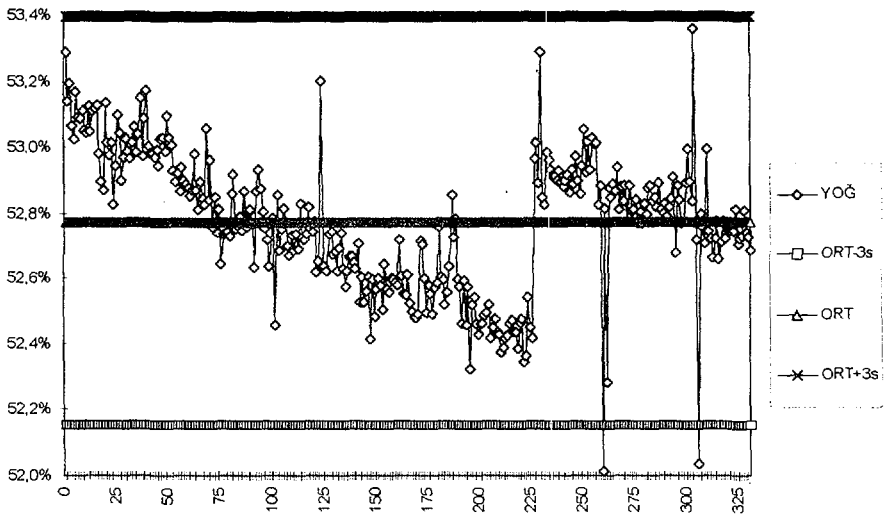
Pelet proses tanımlama numarası

UO₂ toz tanımlama numarası

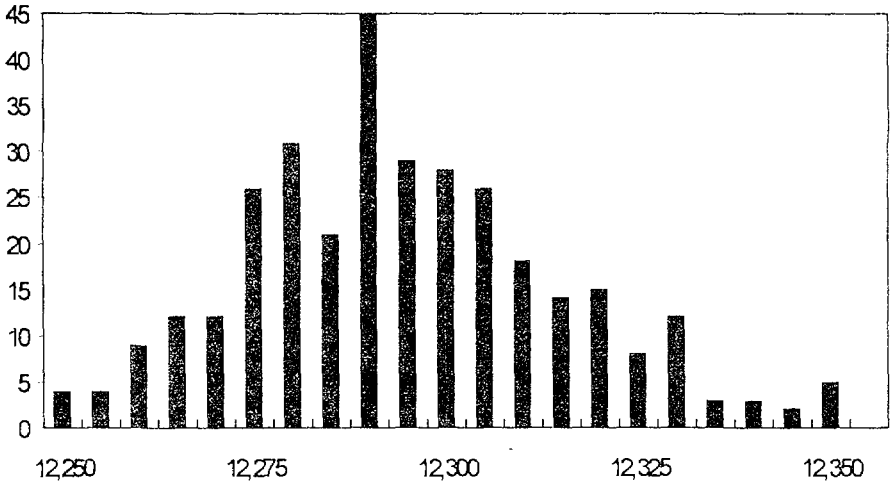
Pelet presleme verileri

Sinterleme verileri: sıcaklık

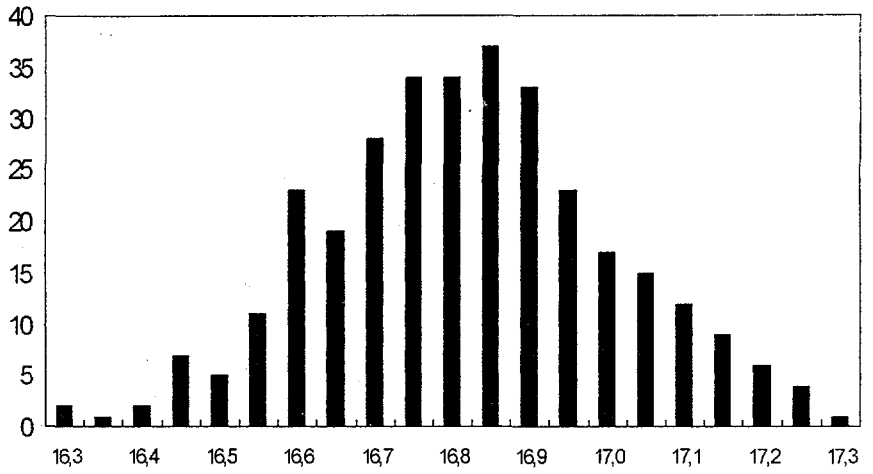
Kalma zamanı



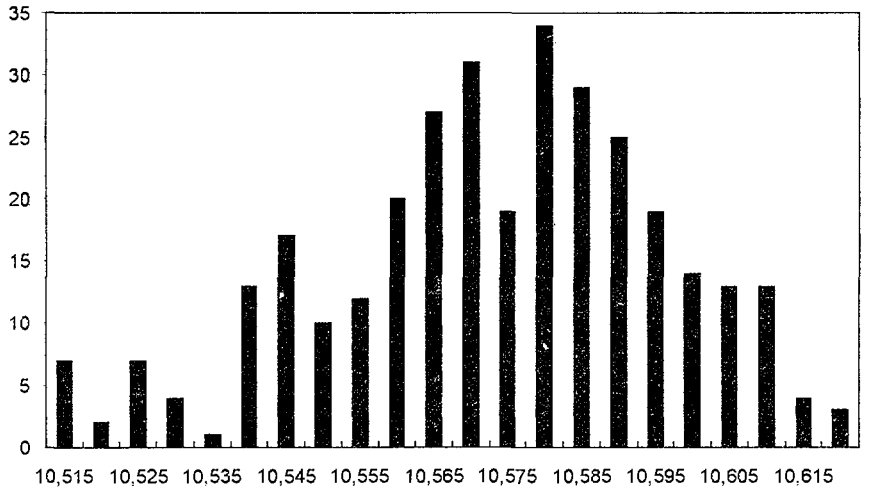
ŞEKİL 1. HAM PELETLERİN YOĞUNLUKLARI



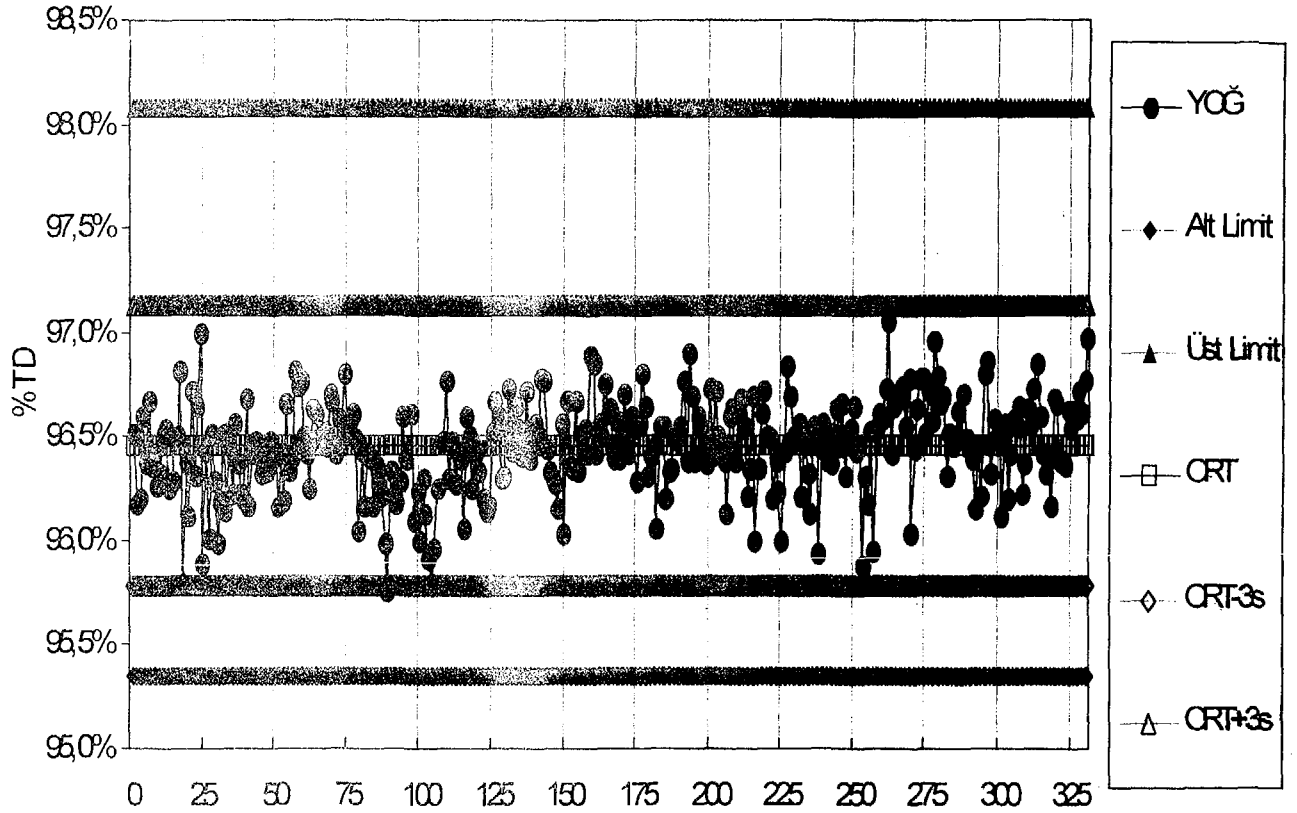
ŞEKİL 2. SİNTERLENMİŞ PELETLERİN ÇAP DAĞILIMI



ŞEKİL 3. SİNERLENMİŞ PELETLERİN AĞIRLIK DAĞILIMI



ŞEKİL 4. SİNERLENMİŞ PELETLERİN YOĞUNLUK DAĞILIMLARI



ŞEKİL 5. SİNERLENMİŞ PELET YOĞUNLUKLARI (PROSES YETENEĞİ)