

SISTEMA DE GERENCIAMENTO E AQUISIÇÃO DE SINAIS PARA MEDIÇÃO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS DE COMBUSTÍVEL NUCLEAR

Fabício Lima Migliorini¹, Égonn Hendrigo Carvalho Silva², Ricardo Alberto Neto Ferreira³, Odair Miranda⁴, Pablo Andrade Grossi⁵, Denise das Mercês Camarano⁶

^{1,2,3,4,5,6} Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
Comissão Nacional de Energia Nuclear
Av. Presidente Antônio Carlos 6627
Campus da UFMG-Pampulha-Caixa Postal 941
31.161-970-Belo Horizonte-Minas Gerais-Brazil
¹fmigliorini@hotmail.com
²egonn@ufmg.br
³ranf@cdtn.br
⁴odairm@cdtn.br
⁵pabloag@cdtn.br
⁶dmc@cdtn.br

RESUMO

Na síntese de novos materiais incluindo o desenvolvimento de combustíveis nucleares, é de grande importância o conhecimento de suas propriedades termofísicas. O método Flash laser é um dos métodos mais utilizados para medição da difusividade térmica de materiais. Este método consiste na avaliação do transiente de temperatura na face oposta de uma pequena amostra cilíndrica quando a mesma tem sua face frontal submetida a um pulso de energia, provido neste caso pelo feixe de um laser. Tendo em vista que o resultado do ensaio é baseado na análise de um comportamento dinâmico e de que possui duração da ordem de milisegundos, é imprescindível o uso de um sistema de aquisição capaz de fazer o monitoramento, aquisição dos dados e controle do processo. Este trabalho tem por objetivo apresentar o Sistema de Gerenciamento e Aquisição de Sinais (SGA-LMPT) em plataforma LabView implementado no Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do CDTN. O SGA-LMPT é uma ferramenta que assegura o completo atendimento das exigências normativas, proporcionando muito mais qualidade, produtividade, redução de custos e otimização do processo laboratorial. Além disso, o SGA-LMPT apresenta requisitos necessários para demonstrar que têm implementado um sistema de gestão que é capaz de produzir resultados tecnicamente válidos. A determinação da difusividade térmica de pastilhas de UO₂ fabricadas com microesferas foi usada para demonstrar a adequação do novo sistema para a medição de propriedades termofísicas de combustíveis nucleares. Os resultados foram discutidos e comparados com a literatura.

1. INTRODUÇÃO

Na medição de propriedades termofísicas de materiais, o método do Flash Laser tornou-se o padrão visto as vantagens que o mesmo apresenta sobre os demais métodos. Dessa forma ele apresenta-se bastante adequado para a determinação de propriedades termofísicas de vários materiais, incluindo combustíveis nucleares nos quais este tipo de caracterização é importante no que diz respeito à necessidade de se prever seu comportamento quando irradiado, situação em que um valor adequado de difusividade térmica é indicado a fim de se evitar gradientes de temperatura que possam vir a causar problemas no combustível.

Por ser baseado em uma solução apresentada por Parker et al [1,2] da equação de distribuição de temperatura realizada com valores de contorno ideais, torna-se importante a tentativa da realização do mesmo em condições que se aproximem das ideais. Outro ponto importante sobre a utilização deste método é o de que uma das suas variáveis de entrada, o tempo do transiente, apresenta-se como um fenômeno muito rápido e de determinação não muito simples mostrando a necessidade de um sistema capaz de fazer um gerenciamento do processo assim como a aquisição dos dados para a quantificação e determinação da difusividade.

Nessa situação o Sistema de Gerenciamento e Aquisição do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas (SGA – LMPT) apresenta-se como uma ferramenta capaz de realizar a aquisição e processamentos dos dados sendo assim possível tornar o procedimento mais eficiente e confiável. Além disso, o SGA – LMPT permite a comparação dos resultados obtidos com o modelo teórico e a aplicação de fatores de correção devido ao efeito de tempo de pulso e de perda de calor [3,4,5].

2. EXPERIMENTO

A determinação da difusividade pelo método Flash Laser é baseada na variação da temperatura na face oposta de uma pequena amostra cilíndrica de pequena espessura, resultado de um curto pulso de energia incidindo na face frontal desta. O resultado do aumento da temperatura na face oposta da amostra é obtido de um termograma, a partir do qual a difusividade térmica (α) é calculada em função da espessura da amostra L e do $t_{1/2}$, que corresponde ao tempo requerido para a face oposta atingir a metade da variação máxima da temperatura:

$$\alpha = \frac{1,37 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}}. \quad (1)$$

A temperatura efetiva T_e correspondente a esta difusividade térmica é calculada por:

$$T_e = T_i + 1,6 \cdot (T_M - T_i) \quad (2)$$

onde T_i corresponde a temperatura inicial da amostra e T_M a temperatura máxima alcançada na face oposta da amostra.

Além da difusividade térmica é possível também encontrar o valor do calor específico C_p do material mediante o conhecimento da quantidade de calor por unidade de área recebida pela amostra (Q), sua densidade, a variação da temperatura na mesma e a partir da relação:

$$C_p = \frac{Q}{\rho \cdot L \cdot (T_M - T_i)}. \quad (3)$$

Tendo-se calculado os valores da difusividade térmica, do calor específico e medindo-se sua densidade, pode-se então determinar a condutividade térmica do material (k) segundo a seguinte equação:

$$k = \alpha \cdot \rho \cdot C_p. \quad (4)$$

3. METODOLOGIA

A bancada experimental do LMPT é composta por um laser de CO₂ selado o qual, ao emitir um pulso de alguns milisegundos, fornece a energia para o aquecimento da amostra sendo este aquecimento limitado a valores em torno de 3 °C de amplitude do transiente para se evitar uma mudança na faixa de medição e devido ao valor difusividade se alterar com a temperatura. A amostra, que possui uma espessura de 2 mm a 5 mm e 8 mm de diâmetro, é suportada por um porta amostras que é colocado dentro de um forno de fabricação própria, enquanto sua temperatura é monitorada por um termômetro infravermelho que se encontra fora do forno. Esse termômetro possui uma saída analógica em corrente a qual é enviada a um dispositivo de aquisição de sinais e convertida em tensão para que seja digitalizada pelo equipamento juntamente com um sinal proveniente da fonte do laser que é utilizado para registrar o momento do disparo e início da contagem de tempo. Com o sinal convertido, o mesmo é enviado a um computador onde os dados são processados com o auxílio do SGA – LMPT.

O SGA – LMPT (Fig. 1) consiste em um programa implementado em LabVIEW que possui a função de, além de adquirir e armazenar os dados provenientes do conversor AD, gerenciar o processo fornecendo imediatamente após o término da observação do fenômeno, os resultados do experimento para o operador.

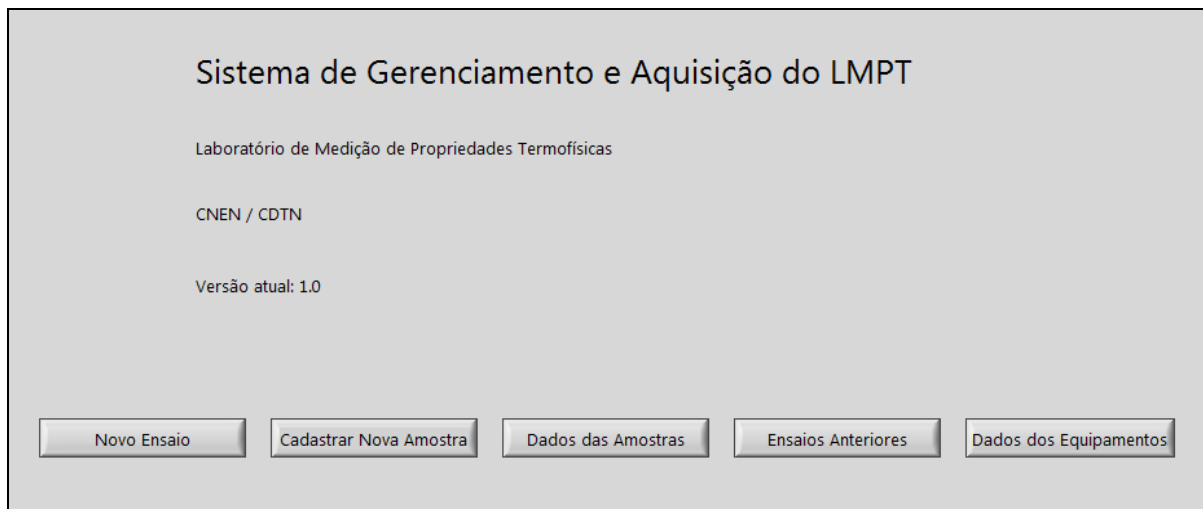


Figura 1. Tela principal do Sistema de Gerenciamento e Aquisição do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do CDTN.

Com o objetivo de aproveitar sua eficiência no processamento dos dados, o sistema exige que a amostra esteja previamente cadastrada no seu banco de dados com todas as características principais, tais como, diâmetro, massa e espessura, sendo esta última de fundamental importância por representar uma das variáveis de entrada do cálculo de difusividade. Para se efetuar o cadastro da amostra, o sistema fornece uma tela específica com os campos necessários para a sua identificação, e outros para a entrada dos valores medidos de espessura, diâmetro e massa (Fig. 2). Além desses, o SGA – LMPT dispõe de campos para a

inserção de dados correspondentes a ensaios para determinação de densidade baseados no princípio de Arquimedes mediante a observação do efeito do empuxo sobre o material [6,7,8,9]. Com a inserção dos dados o aplicativo calcula e exibe automaticamente os valores de volume e densidade calculados pelo método geométrico assim como os mesmos encontrados com base nos métodos suplementares já citados.

Figura 2. Página para inserção das características das amostras.

Uma vez que a amostra encontra-se no banco de dados do sistema, a realização do ensaio de determinação da difusividade térmica se inicia com a interface em que o programa solicita a especificação das características do procedimento, tais como, parâmetros dos equipamentos (além de identificá-los uma vez que os mesmos estão previamente registrados no sistema), condições ambientais, executores, além do código de identificação do ensaio (Fig. 3). A descrição dos parâmetros do ensaio é importante para que o sistema, ao emitir seus registros contendo os dados dos experimentos, também possa apresentar registros sobre a calibração dos instrumentos e das condições da bancada a fim de se adequar ao sistema de gestão da qualidade do LMPT.

A etapa seguinte consiste no monitoramento da amostra para registro do seu transiente de temperatura. Para tal, o sistema recebe o sinal do conversor AD referente ao sinal da fonte do laser e do termômetro, sendo este último convertido pelo programa em valores de temperatura. Estes valores são armazenados até que se encerre a aquisição enquanto os mesmos também são simultaneamente exibidos para o acompanhamento do operador (Fig. 4). Imediatamente após o fim da aquisição, o sistema realiza os cálculos a fim de identificar os tempos que correspondem aos instantes de 25%, 50% e 75% da excursão da temperatura na face oposta da amostra para o cálculo das difusividades. Devido às características do instrumento, o seu sinal de saída ao ser convertido para temperatura, gera um conjunto de

dados com grande quantidade de ruído, e para que se possam identificar os intervalos de tempo com precisão, o aplicativo, baseado na determinação dos pontos de início e fim do transiente, gera um segmento que se ajusta ao gráfico com ruído nas regiões de interesse, possibilitando a determinação dos intervalos e minimizando o efeito do ruído sem inserir atrasos ou falseamento no sinal.

The screenshot shows a software interface for configuring a test. It is divided into two main columns. The left column contains input fields for: 'Código do Ensaio:' (two empty boxes), 'Temperatura Ambiente / °C:', 'Umidade Relativa do Ar / %:', 'Potência do laser / W:', 'Tempo de Pulso / ms:', 'Emissividade:', 'Tipo de Recobrimento:', 'Pressão Interna do Forno / mbar:', and a checkbox for 'Uso de Vácuo'. Below these is a section for 'Equipe Envolvida' with a large empty text area. The right column is titled 'Equipamentos Utilizados:' and lists several sensors with dropdown menus, all currently set to 'Não Disponível': 'Medidor de Potência:', 'Laser:', 'Termômetro Infravermelho:', 'Medidor da Temperatura Ambiente:', 'Medidor da Umidade Relativa do Ar:', 'Forno:', 'Medidor de Pressão do Forno:', and 'Bomba de vácuo:'. At the bottom right, there is a 'Comentários:' text area and two buttons: 'Cancelar' and 'Avançar'.

Figura 3. Tela para preenchimento das características do ensaio a ser realizado.

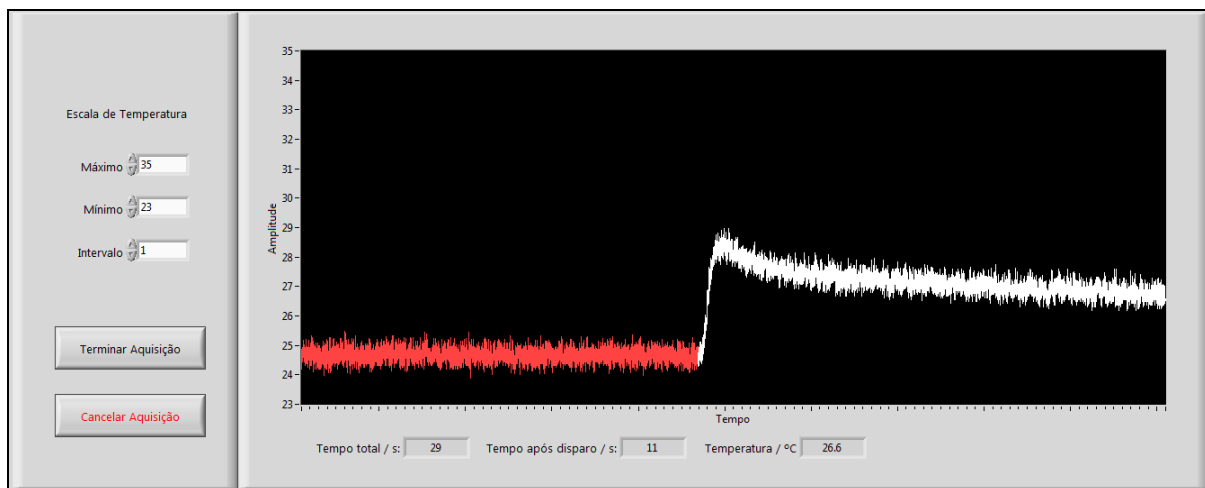


Figura 4. Tela de aquisição do sistema em que o comportamento da amostra pode ser acompanhado em tempo real.

Com a realização das quantificações, o programa exibe os resultados do experimento contendo seus parâmetros, as principais características da amostra utilizada, os resultados das quantificações juntamente com informações sobre o comportamento da temperatura e, além disso, gráficos apresentando a curva experimental e sua correspondente adimensional para comparação com a curva teórica do método. Estes resultados são calculados já considerando correções nos valores dos instrumentos de acordo com seus respectivos certificados de calibração.

Com o término do experimento, o SGA – LMPT emite seu registro de ensaio contendo todos os dados do experimento assim como as informações importantes sobre os instrumentos resultados e gráficos atendendo a norma ASTM-E-1461-07.

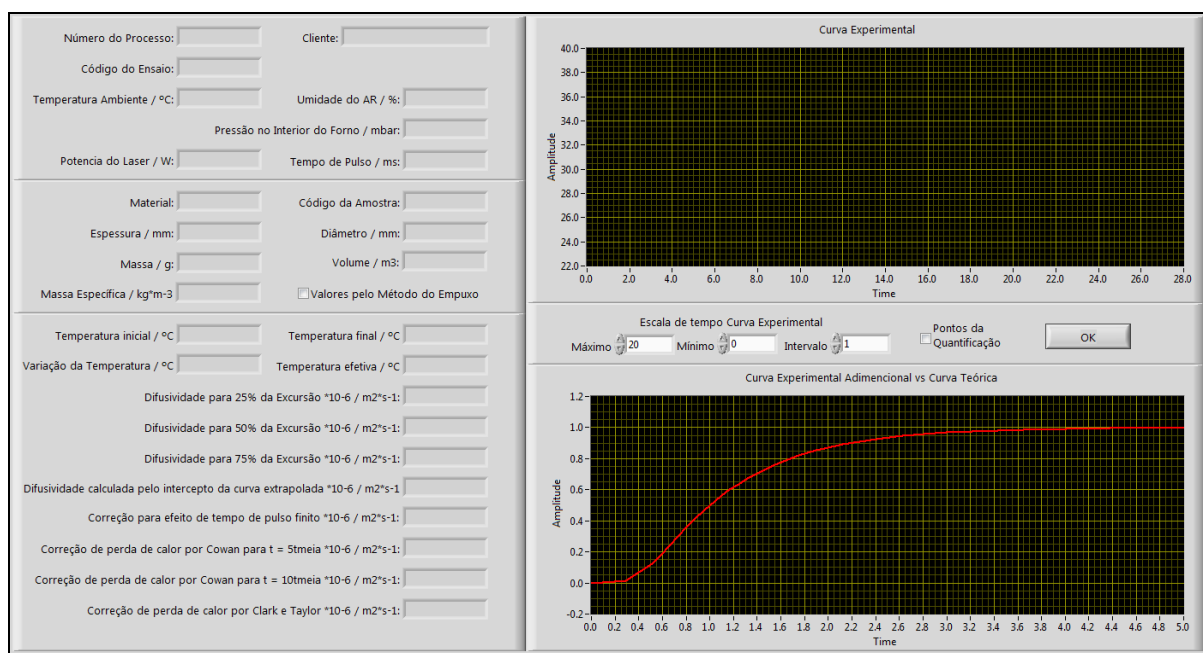


Figura 5. Tela que exibe os resultados do ensaio incluindo as características do mesmo, dados da amostra, resultados e gráficos.

4. RESULTADOS

Utilizando o sistema SGA – LMPT e seus recursos de aquisição e processamento, foram realizadas medidas em amostras padrão com difusividade conhecida e amostras de pastilhas de dióxido de urânio fabricadas com microesferas, para mostrar sua eficácia na medição desse tipo de material. Na Tabela 1 são apresentados os resultados juntamente com a incerteza expandida (U) a qual é declarada como a incerteza padrão multiplicada por um fator de abrangência $k = 2$ que, para uma distribuição normal, representa uma probabilidade de abrangência de 95% [10]. Verifica-se a compatibilidade dos resultados obtidos com os dados disponíveis na literatura, tanto para a amostra de Pyroceram 9606, como para as amostras de dióxido de urânio, indicando a aplicabilidade do sistema proposto [11,12].

Também para exemplificar a funcionalidade do sistema são mostrados os gráficos da curva experimental (Fig. 6) assim como de sua correspondente adimensional em comparação com a curva teórica do método (Fig. 7) para a amostra de dióxido de urânio BE010.

Tabela 1. Valores encontrados para a difusividade térmica das amostras de dióxido de urânio e de Pyroceram 9606 à temperatura ambiente.

Amostra	α $10^6 / \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$U_{95\%}(\alpha)$ $10^6 / \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
Pyroceram 9606	1,90	0,18
BE010 (Dióxido de Urânio)	2,58	0,28
BE011 (Dióxido de Urânio)	2,43	0,21

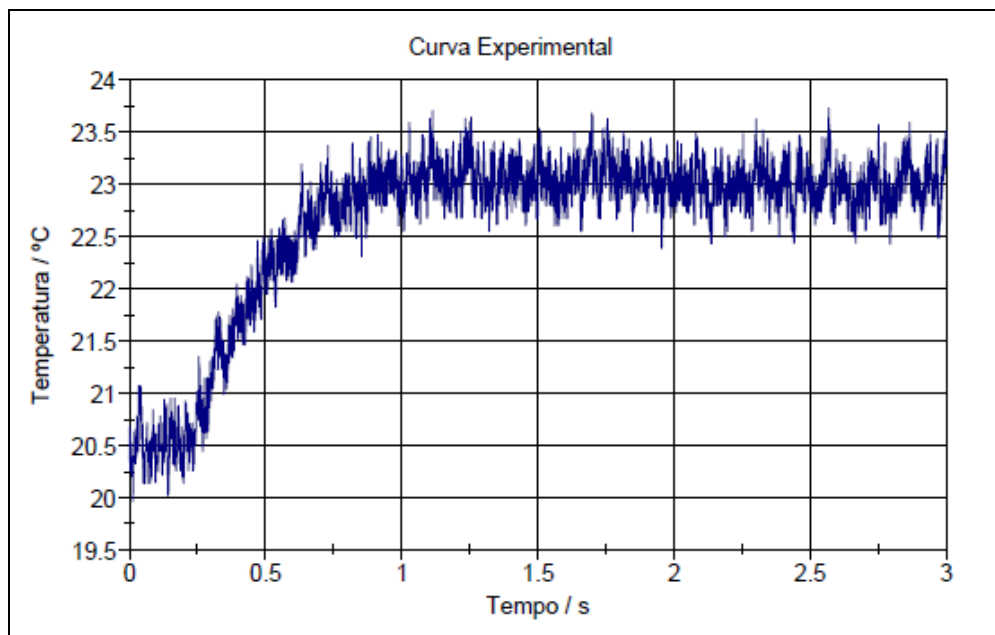


Figura 6. Gráfico do transiente experimental retirado de um registro de ensaio em pastilha de dióxido de urânio produzida com microesferas (amostra BE010).

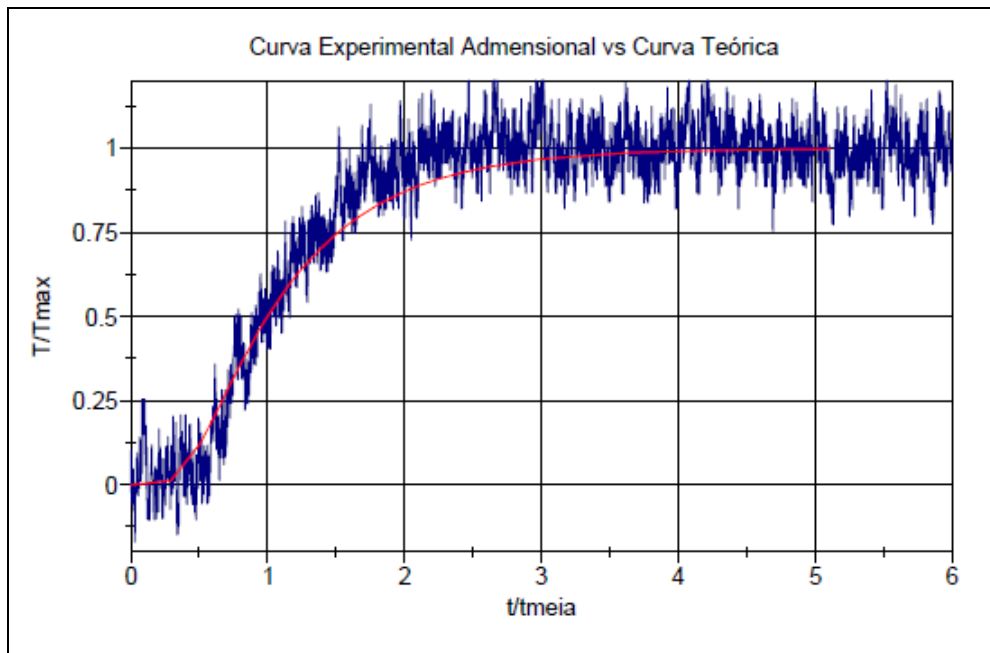


Figura 7. Gráfico da curva experimental em sua forma adimensional (em azul) em comparação com a curva teórica do método (em vermelho), retirado de um registro de ensaio em pastilha de dióxido de urânio produzida com microesferas (amostra BE010).

5. CONCLUSÃO

Neste trabalho foi apresentado o Sistema de Gerenciamento e Aquisição desenvolvido no Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do CDTN (SGA – LMPT) com a finalidade de automatizar o processo de determinação de difusividade térmica a fim de aumentar sua eficiência e confiabilidade. O sistema foi desenvolvido na plataforma LabVIEW da National Instruments que, com auxílio de um placa de aquisição de sinais do mesmo fabricante, é capaz de realizar a aquisição, o processamento dos sinais e dos dados de entrada a fim de determinar a difusividade térmica de combustíveis nucleares e outros materiais por meio do método do flash de laser, fornecendo resultados compatíveis com certificados de referência e com a literatura.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) e à FAPEMIG (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais) pelo suporte financeiro à pesquisa.

REFERÊNCIAS

1. Parker, W. J.; Jenkins, R. J.; Butler, C. P., Abbott, G. L., “Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity”, *Journal of Applied Physics*, **32**, pp.1679-1684 (1961).

2. ASTM-E-1461-07, "Standard test method for thermal diffusivity of solids by the flash method", *Annual book of ASTM standards*, **14.02**, pp.1-11, (2007).
3. Heckman, R. C., "Finite pulse-time and heat-loss effects in pulse thermal diffusivity measurements", *Journal of Applied Physics*, **44**, pp.1455-1460 (1973).
4. Taylor, R. E.; Cape, J. A., "Finite pulse-time effects in the flash diffusivity technique", *Applied Physics Letters*, **5**, pp.212-213 (1964).
5. Cape, J. A.; Lehman, G. W., "Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity", *Journal of Applied Physics*, **34**, pp.1909-1913 (1963).
6. Ferreira, R. A. N., "Relatório de missão do engenheiro Ricardo Alberto Neto Ferreira na Alemanha", Belo Horizonte, Nuclebrás, Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, 123p., Relatório de Missão DETS.PD 02/80 (1980).
7. Maier, G., "Round Robin – Dichtmeß - Programm - Abschließende Ergebnisse", Erlangen, Kraftwerk Union, 13p., Ergebnis-Bericht (1976).
8. Dörr, W, Assmann, H., Maier, G., Steven, J., "Bestimmung der dichte, offenen porosität, porengrößenverteilung und spezifischen oberfläche von UO₂-tabletten", *Journal of Nuclear Materials*, **81**, pp.135-141 (1979).
9. Ferreira, R. A. N., Lopes, J. A. M. "Implementation of a fuel pellets density and open porosity measurement system by the xylol penetration-immersion method at CDTN", *2007 International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2007*, Santos, SP, Brazil, September 30 to October 5 (2007).
10. International Organization for Standardization, "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement", *ISO*, Geneva, Switzerland (1995).
11. Hay, B., Rongione, L., Filtz, J., Hameury, J., "A new reference material for high-temperature thermal transport properties – LNE participation in the certification process of Pyroceram 9606", *High Temperature-High Pressures*, **37**, pp.13-20 (2008).
12. Fink, J. K., "Thermophysical properties of uranium dioxide", *Journal of Nuclear Materials*, **279**, pp.1-18 (2000).